MESSUNG DER VERSETZUNGSGESCHWINDIGKEIT IN KUPFER-MISCHKRISTALLEN

Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Georg-August-Universität zu Göttingen

vorgelegt von

Jürgen Dönch
aus Wahle, Kr. Braunschweig

Göttingen 1974

MESSUNG DER VERSETZUNGSGESCHWINDIGKEIT IN KUPFER-MISCHKRISTALLEN

Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Georg-August-Universität zu Göttingen

vorgelegt von
Jürgen Dönch
aus Wahle, Kr. Braunschweig

Göttingen 1974

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

D 7

Referent: Prof. Dr. P. Haasen
Korreferent: Prof. Dr. R. Labusch

Tag der mündlichen Prüfung 13.6.1974

INHALTSVERZEICHNIS

1.	Einleitung	1
2.	Verformungsapparatur	4
	2.1 Mechanischer Aufbau der Verformungs-apparatur	7
	2.2 Elektrischer Aufbau der Verformungs-apparatur	9
	2.3 Messung des Spannungspulses	11
	2.4 Berechnung spez. Grössen und Vergleich mit gemessenen	12
3.	Das Anätzen von Versetzungen	19
4.	Probenherstellung	25
	4.1 Kristallzucht	25
	4.2 Herstellung der Probenform	28
	4.3 Glühbehandlung	28
5.	Versuchsführung und Ergebnisse	31
	5.1 Einbringen frischer Versetzungen durch Kratzer	32
	5.2 Einbringen frischer Versetzungen durch Mikrohärteeindrücke	34
	5.3 Doppelätzung eingewachsener Versetzungen	37
	5.4 Messungen an reinem Kupfer	45
6.	Diskussion der Ergebnisse	50
7.	Zusammenfassung	56
8.	Literatur	
	Anhang: Zusammenstellung der verwendeten Grössen	

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41534919_0026

1. Einleitung

Die Zunahme der Festigkeit eines Metalls durch gelöste Fremdatome (FA) wird als Mischkristallhärtung bezeichnet. Sie wird durch die kritische Schubspannung τ_o als Funktion der Konzentration der FA und für das FA spezifischer Parameter beschrieben, und durch die Behinderung der Versetzungsbewegung erklärt, da die FA durch abweichende Größe oder elastische Polarisierbarkeit mit Versetzungen wechselwirken. Eine Theorie hat also von der Wechselwirkungskraft K_o zwischen Versetzung und FA auszugehen und dabei die statistisch verteilten FA und die durch die Linienspannung gegebene Steifigkeit der Versetzung zu berücksichtigen. Diese verhindert, daß sich die Versetzung unter einer äußeren Spannung an alle vor ihr liegenden Hindernisse anschmiegt.

In der Theorie von Labusch[1] wird das Problem mit Hilfe einer Verteilungsfunktion gelöst, die die verschiedenen Abstände der Versetzung von den Hindernissen unter der Wirkung einer Kraft τb beschreibt. Insbesondere ergibt sich dabei eine Abhängigkeit

$$\tau_o \propto c^{2/3} K_o^{4/3} \qquad (1)$$

Bei dieser Theorie wird die Überwindung der Hindernisse durch thermische Aktivierung nicht berücksichtigt und so läßt sich die Gültigkeit der Beziehung (1) streng nur bei 0 K überprüfen. Allerdings ergibt sich bei hohen Temperaturen ($T \approx 500$ K, im sogenannten Plateaubereich) experimentell eine Unabhängigkeit der kritischen Schubspannung τ_{po} von der Temperatur, sodaß in diesem Bereich vergleichende Messungen ausgeführt werden können. Durch Experimente an Mischkristallen von Cu, Ag, Au konnte die Beziehung (1) bestätigt werden.[2-4]

Zur Erklärung der Temperaturabhängigkeit der kritischen Schubspannung wurde die Theorie von Labusch durch Berücksichtigung der thermischen Aktivierung und einem Spektrum

von effektiven Hindernissen, wie es nach der Fluktuationstheorie auftritt, erweitert.[5] Als zusätzlicher Parameter geht in diese Theorie die Versetzungsgeschwindigkeit (VG) ein, deren Größe das Auftreten eines Plateaus entscheidend beeinflußt. Eine im Mischkristall zu beobachtende Abnahme der kritischen Schubspannung um den Faktor 5 von 4,2 K zum Plateau ist nur dann nach dieser Theorie zu erklären, wenn die VG in der Größenordnung m/sec liegt.

Messungen der VG in kfz Mischkristallen sind bisher nur von T. Suzuki[6] durchgeführt worden, der eine Cu - 0,35At% Ni Legierung untersuchte. Die Ergebnisse dieser Arbeit erscheinen aus folgenden Gründen nicht ausreichend: Es wurde die VG nur an eingewachsenen Versetzungen untersucht. Zum anderen ergaben sich aus den langen Verformungszeiten Laufwege bis zu 2200 µm, die bei einer Versetzungsdichte von 10^4 cm^{-2} eine eindeutige Zuordnung der Versetzungslage vor und nach Aufbringen der Spannung erschweren. Außerdem ist die par - und dielastische Wechselwirkung in dieser Legierung gering,[7] sodaß keine große Mischkristallhärtung auftritt.

Es war deshalb das Ziel dieser Arbeit, durch den Aufbau geeigneter Apparaturen und Entwicklung geeigneter Verfahren die VG in Cu Mischkristallen zu bestimmen und so die Annahme einer VG in der Größenordnung von m/sec zu prüfen. Zwar kann die Abgleitgeschwindigkeit $\dot{a}$ als Funktion der VG v durch

$$\dot{a} = N_m \cdot b \cdot v \qquad (2)$$

ausgedrückt und durch die Schubspannungs - Dehnungskurve a als Funktion von τ makroskopisch gemessen werden, doch ist die Zahl der beweglichen Versetzungen N_m (b = Burgersvektor) weder konstant noch einfach messbar, sodaß diese Beziehung nicht ohne willkürliche Zusatzannahme zur Bestimmung der VG herangezogen werden kann. Zur genauen Bestimmung ist es deshalb notwendig, den Laufweg einzelner Versetzungen unter einem Spannungspuls bestimmter Stärke

und Dauer zu messen und daraus die VG zu berechnen. Es waren deshalb folgende Probleme zu lösen:

a) Aufbau einer Apparatur zur Erzeugung eines Spannungspulses für eine Schubspannug von 0 - 1 kp/mm^2 bei einer Dauer von max. 100 μsec

b) Sichtbarmachen der Versetzung durch Anätzen

c) Herstellung von Mischkristallen als Ein - kristalle genauer Orientierung mit geringer Versetzungsdichte

d) Messungen der VG an eingebrachten Ver - setzungen.

2. Verformungsapparatur

Um eine Probe für die Dauer von Mikrosekunden mit einer Spannung in der Größenordnung der kritischen Schubspannung (für Cu - 1At% Ge ca. 400p/mm^2) definiert zu verformen, sind herkömmliche Methoden nicht geeignet: Bei mechanisch angetriebenen Maschinen, wie einer Instron-Zerreißmaschine, liegen wegen der Trägheit des Systems die Pulsdauern in der Größenordnung von Sekunden, elektromagnetische Umsetzer erlauben Verformungszeiten im Bereich von Millisekunden.[8] Mit Piezooxyden ließen sich Mikrosekunden erreichen, jedoch sind die dabei auftretenden Dehnungen zu gering. Allein die Ausnutzung von Schallwellen in Festkörpern bietet einen Ausweg; denn wegen ihrer hohen Geschwindigkeit können kleine Verformungszeiten und durch entsprechende Wahl ihrer Amplituden relativ hohe Verformungen erzielt werden. Allerdings darf für eine definierte Pulsdauer in der Probe nur eine Schwingungsmode angeregt werden, da sich transversale und longitudinale Ausbreitungsgeschwindigkeiten von Schallwellen stark unterscheiden.

Ein auf diesen Prinzipien beruhendes Verfahren ist von Pope und Vreeland[9] entwickelt und zur Messung der VG in reinen Metallen verwandt worden.[10] Diese Methode bietet folgende Vorteile:

1) Definierter Spannungszustand durch Anregung von Torsionswellen

2) Gleichzeitige Beobachtung der Versetzungslaufwege für örtlich verschiedene Pulsdauern bei gleicher Spannung

3) Erzeugung von Schubspannungen bis zu 1kp/ mm^2

Sie wurde daher als Grundlage für die zu bauende Verformungsapparatur gewählt.

Das Prinzip der Apparatur ist in Abb. 1 erklärt:

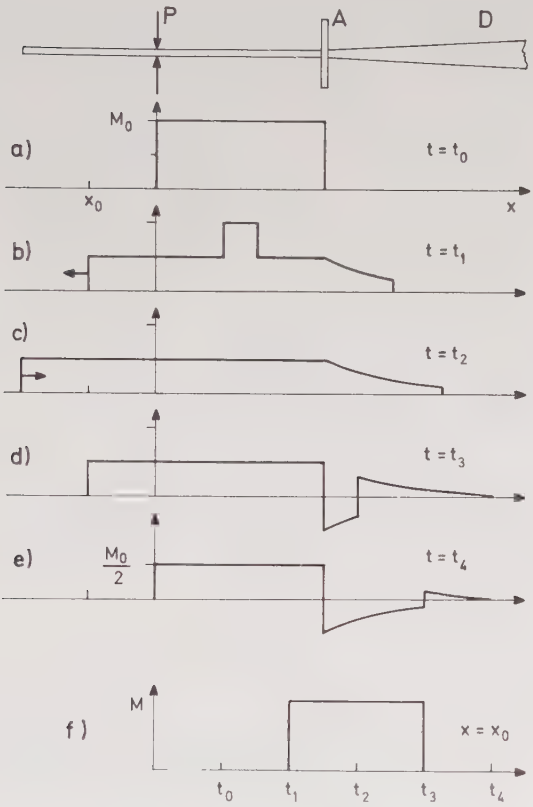


Abb. 1: Die Verteilung des Drehmomentes M zu verschiedenen Zeiten t.

Eine runde Stahlstange ist in P fixiert und in A wirkt über ein Rad ein Drehmoment M_o, die Enden der Stange sind frei. Zum Zeitpunkt $t = t_o$ kann der Spannungszustand durch das Diagramm 1 a) beschrieben werden. Wird nun die Fixierung gelöst, breitet sich von P das Drehmoment $M_o/2$ mit Schallgeschwindigkeit nach links und

rechts aus, sodaß zu einem Zeitpunkt $t = t_1$ der in b) dargestellte Zustand vorhanden ist. Erreicht die linke Wellenfront das freie Ende der Stange ($t = t_2$), wird sie mit Phasenumkehr reflektiert; gleichzeitig wird die nach rechts laufende Welle durch ein die Stange umgebenes Dämpfungsmaterial D abgebaut. Die am linken freien Ende reflektierte Welle hebt durch die Phasenumkehr bei der Reflexion beim Zurücklaufen den Spannungszustand in der Kupferstange auf ($t = t_4$) und wird schließlich im Dämpfungsmaterial abgebaut. Betrachten wir nun den Spannungszustand eines Punktes im Abstand x_o vom freien Ende als Funktion der Zeit, so ist die Pulsdauer Δt gleich der doppelten Zeit, die die Schallfront zu ihrer Ausbreitung zum freien Ende benötigt (s.Abb. 1 f). Wird nun hier eine akustisch angepaßte Probe befestigt, ist die Verformungszeit für einen Punkt auf der Probe proportional zu seinem Abstand vom freien Ende. Die Schubspannung auf der Probenoberfläche bei einem Probenradius r und einem Flächenträgheitsmoment $J = \pi r^4/2$ ist

$$\tau = \frac{M_o \cdot r}{2J} \qquad (3)$$

und somit proportional zum angelegten Drehmoment M_o.

Die Ausbreitung von Schallwellen in anisotropen Kristallen ist richtungsabhängig. Für den allgemeinen Fall ergeben sich aus der Wellengleichung zwei Torsionswellengeschwindigkeiten, die nur bei einer ⟨100⟩ - oder ⟨111⟩ - Ausbreitungsrichtung zusammenfallen. Für eine eindeutige Verformungszeit wurde deshalb eine ⟨111⟩ - Probenorientierung gewählt.

2.1 Mechanischer Aufbau der Verformungsapparatur

Als Torsionsstab für die Verformungsapparatur (s.Abb. 2) dient eine runde Stahlstange mit einem Durchmesser von 10,0 mm, an die sich eine Kupferstange von 10,56mm Durchmesser anschließt.

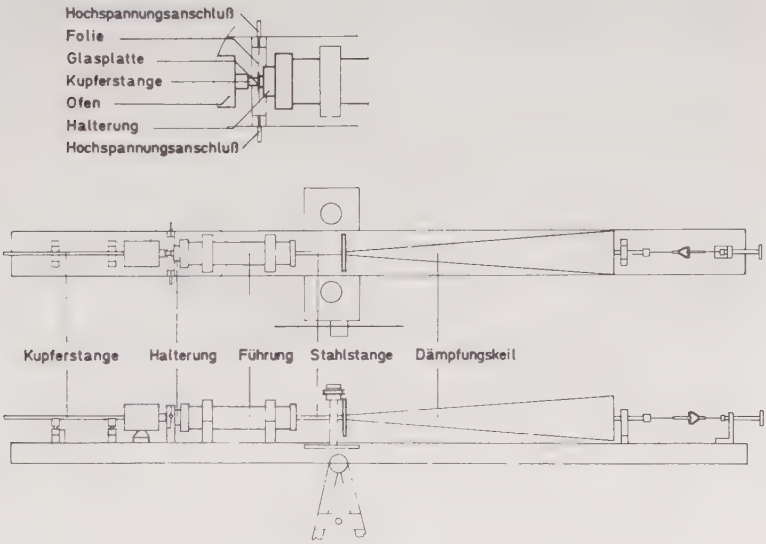


Abb. 2 Aufbau der Verformungsapparatur

Zur Dämpfung der Schallwelle ist die Stahlstange auf einer Länge von 720 mm mit Polyurethan (Vulkollan 80, Entwicklungslabor der Firma Bayer Leverkusen) umschäumt, das zu einem Keil mit max. Radius von 110 mm abgedreht wurde. Die Stahlstange wird in 4 präzisen Bronzelagern auf einer Länge von 300 mm geführt. Die Bronzelager befinden sich in einer Führung, die auf einem U - Eisen befestigt ist. Das Rad (Radius 50 mm) zum Aufbringen des Drehmomentes

ist über eine Gummimanschette an der Stahlstange befestigt, um Reflexionen der Schallwelle zu vermeiden. Hinter dem Dämpfungskeil wird die Stange am rechten Ende geführt und in einer verstellbaren Vorrichtung gehalten. Die Stahlstange wird an ihrem linken Ende an der Halterung fixiert (s. Ausschnitt in Abb. 2). Dazu wird eine runde Glasplatte (Ø = 20 mm, Dicke 0,15 mm) koaxial zwischen Stahlstange und Kupferstange geklebt. Die Glasplatte wiederum ist über eine 7 µm dicke Aluminiumfolie an die Halterung, einem an der Führung befestigtem Hartgummizylinder, geklebt. Wird die Aluminiumfolie zwischen Zylinder und Glasplatte durch eine Kondensatorentladung gesprengt, ist die Fixierung an der Halterung gelöst, und die Torsionswelle geht durch die bestehen bleibende Verbindung vom Stahlstab auf den Kupferstab über. Die Probe selbst wird an das freie Ende der Kupferstange geklebt. Über zwei in der Höhe verstellbare Prismen kann die Kupferstange während des Klebens koaxial zur Stahlstange justiert werden. Die gesamte Anordnung befindet sich auf einem U - Eisen, das in einem Gestell schwenkbar gelagert ist. Während des Klebvorganges wird die Apparatur in horizontaler Lage fixiert, zur Durchführung des Versuchs in die vertikale Lage gekippt. An dem Rad sind zwei dünne Stahlseile befestigt, die über Umlenkrollen geführt werden und die durch Anhängen von Gewichten das Drehmoment auf die Stahlstange übertragen.

Alle Klebungen zur Fixierung der Stahlstange werden mit "UHU-Plus" ausgeführt. Um eine höhere Festigkeit zu erzielen, werden die Klebestellen während des Aushärtens aufgeheizt. Dies geschieht mit einem über die Kupferstange geschobenen Rohrofen. Dadurch kann die Stahlstange bis zu einem maximalen Drehmoment von M = 0,400kp.m belastet werden. Die damit in der Kupferstange erzeugte maximale Scherspannung beträgt dann 1,01kp/mm^2, der bei Berücksichtigung der benutzten Probenorientierung eine maximale Schubspannung von 0,87 kp/mm^2 entspricht, da eine Querschnittsebene eine {111} Gleitebene ist.

2.2 Elektrischer Aufbau

Die mechanische Fixierung der Stahlstange wird gelöst, in dem die Aluminiumfolie zwischen Glasplatte und Hartgummihalter gesprengt wird. Dies geschieht durch die Entladung eines Hochspannungskondensators von $1\,\mu F$ über die Folie. Dazu wurde die in Abb. 3 dargestellte Schaltung ausgeführt.

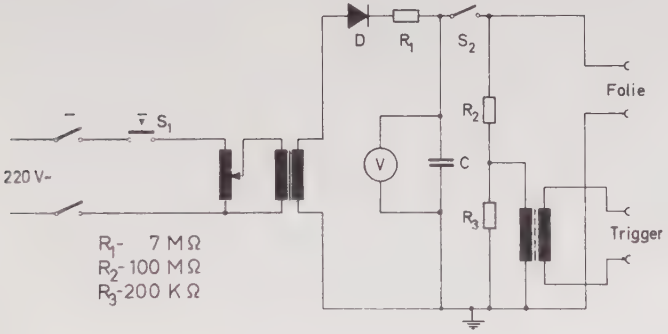


Abb. 3 Schaltung des Kondensatorkreises

Zum Laden des Kondensators über den Vorwiderstand R_1 und die Siliziumgleichrichter D wird der Schalter S_1 solange geschlossen, bis der Kondensator die durch das Messgerät angezeigte Hochspannung erreicht hat. Wird nun der mechanische Hochspannungsschalter geschlossen, entlädt sich der Kondensator über die Aluminiumfolie. Dabei fällt die Spannung über die Widerstände R_2, R_3 ab, wo durch Spannungsteilerschaltung ein Triggersignal zur Ansteuerung eines Oszillographen erzeugt wird.

Um einen maximalen Spannungsabfall in der Folie zu erzeugen, sind die Zuleitungen zum Halter der Folie in starkem Kupferkabel ausgeführt. Die Folie wird zu beiden

Seiten in den Halter eingespannt, ihre Form ist so gewählt, daß nur das kreisförmige Mittelstück, das zwischen Glasplatte und Halter geklebt ist, gesprengt wird. Um ein Überspringen der Hochspannung auf die Kupferstange und damit eine Zerstörung oder Beeinflussung des Dehnungsmeßstreifens (D M S) zu verhindern, ist der über die Kupferstange geschobene Rohrofen innen mit einem Kupferrohr versehen, das fast bis an die Glasplatte reicht und auf Erdpotential liegt.

Trotz sorgfältiger Erdung der gesamten Anlage war es nicht möglich, während der Kondensatorentladung ein Übersprechen auf den Oszillographen zu verhindern. Deshalb wurde durch Einbau eines Megapyrdrahtes von 1,7Ω der Entladekreis so angepasst, daß der Spannungsabfall innerhalb von 40µsec stattfand und so das nach 160µsec eintreffende Meßsignal auf dem Oszillographen nicht beeinflussen konnte. Durch Variation der Hochspannung bis 16 kV wurde die günstigste Entladespannung des Kondensators zum vollständigen Sprengen der Aluminiumfolie und zur Erzeugung eines Triggersignals bei 7 - 8 kV gefunden.

2.3 Messung des Spannungspulses

Zur Messung des Torsionsspannungspulses wird ein Halbleiterdehnungsmeßstreifen (S P B 2 - 09 - 100 der Firma Hottinger - Baldwin Meßtechnik) benutzt, der auf die Kupferstange unter einem Winkel von 47° relativ zum Umfang (s.Abb. 9) aufgeklebt ist. Dieser spezielle D M S besitzt eine hohe Widerstandsänderung (k = 140, im Gegensatz zu herkömmlichen D M S mit k = 2) bei kleinen Dehnungen. Die ebenfalls vorhandene starke Temperaturabhängigkeit kann wegen der Kürze der Meßzeit vernachlässigt werden.

Der D M S ist Teil einer Meßbrücke, die mit 12 V betrieben wird (s.Abb. 4).

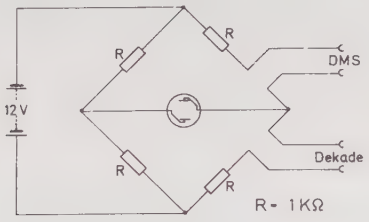


Abb. 4 D M S Meßbrücke

Der Abgleich der Brücke erfolgt durch eine Widerstandsdekade. Die durch eine Widerstandsänderung des D M S hervorgerufene Verstimmung der Brücke wird auf einem Oszillographen sichtbar gemacht, der die simultane Darstellung des Signals mit zwei verschiedenen Ablenkungszeiten zuläßt. Die Registrierung erfolgt mit einer Polaroid - Oszillographenkamera. Zur Vermeidung von Störspannungen wird die Brücke von Trockenbatterien gespeist; alle Leitungen sind koaxial geführt und der gesamte Kreis wird über den Oszillographen geerdet.

2.4 Berechnung spez. Größen und Vergleich mit gemessenen

Eine Grundvoraussetzung bei der schon erläuterten Funktion der Apparatur ist die akustische Anpassung der einzelnen Teile, da die Schallwelle sich nur so ohne Reflexion vom Stahlstab in die Kupferstange und in die Probe und wieder zurück ausbreitet.

Nach Pope[11] ist die akustische Anpassung für eine Torsionswelle dann gegeben, wenn die Impedanz $Z_i = \sqrt{G_i \varrho_i}$ (G_i = Schubmodul) und die Radien r_i der zusammenstoßenden Stäbe mit den Dichten ϱ_i die Bedingung

$$\frac{Z_1}{Z_2} = \frac{r_2^4}{r_1^4}$$

erfüllen. Beweis: Für eine mit Torsionswellengeschwindigkeit c_i einfallende Welle (s.Abb. 5)

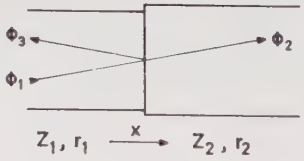


Abb. 5 Akustische Anpassung zweier Medien

$$\Phi_1 = \varphi_1 \cdot \exp\,(i(\omega t - k_1 x)) ; k_i = \frac{\omega}{c_i}$$

und eine an der Grenzfläche reflektierte

$$\Phi_3 = \varphi_3 \cdot \exp\,(i(\omega t + k_1 x))$$

und eine durchgehende

$$\Phi_2 = \varphi_2 \cdot \exp\,(i(\omega t - k_2 x))$$

ergibt sich aus der Erhaltung der Momente $M_1 + M_3 = M_2$ mit $M_i = J_i \cdot G_i \cdot \frac{\partial \phi_i}{\partial x}$

$$\phi_1 - \phi_3 = \alpha \cdot \phi_2 \qquad \alpha := \frac{J_2 \cdot Z_2}{J_1 \cdot Z_1} \tag{4}$$

An der Grenzfläche sind die Wellen in beiden Medien gleich

$$\phi_1 + \phi_3 = \phi_2 \tag{5}$$

und man erhält für die reflektierten aus (4) und (5)

$$\phi_3 = \left(\frac{1}{\alpha} - 1\right) \cdot \phi_1$$

Diese verschwindet nur, wenn $\alpha = 1$ gesetzt wird, d.h.

$$Z_1 \cdot J_1 = Z_2 \cdot J_2$$

oder mit der Definition des Flächenträgheitsmomentes $J = \frac{1}{2} \pi r^4$ und der Impedanz Z_i

$$\frac{r_1^4}{r_2^4} = \frac{\sqrt{G_2 \cdot \varrho_2}}{\sqrt{G_1 \cdot \varrho_1}} \tag{6}$$

Aufgrund dieser Beziehung wurde an die Stahlstange von 10,0 mm Durchmesser eine gezogene Kupferstange von 10,56 mm Durchmesser angepasst.

Die Dauer des Spannungszustandes an einem Ort auf der Probenoberfläche ist durch die Torsionswellengeschwindigkeit c_T^P in der Probe gegeben. Diese läßt sich aus den elastischen Konstanten c_{ik} bei einer $\langle 111 \rangle$ - Stabachse der Probe nach

$$\sqrt{\frac{c_{11} - c_{12} + c_{44}}{3 \varrho}} = c_T^P \tag{7}$$

berechnen und mit dem angezeigten Signal vergleichen. Da der D M S auf die Kupferstange geklebt ist, ist die Länge des Signals durch die Wellengeschwindigkeit in der Kupferstange und in der Probe bestimmt. Bei

einem Versuch ohne angeklebte Probe ergibt sich das folgende Signal. (s.Abb. 6)

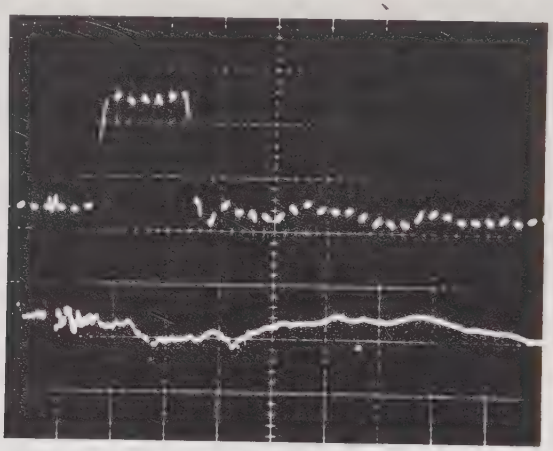


Abb. 6 Meßsignal bei einem Versuch ohne angeklebte Probe.
Skalen: oberes Signal 20 µsec/div
unteres Signal 200 µsec/div
Empfindlichkeit 5 mV /div

Nach 160 µsec erreicht die Welle den D M S, steigt innerhalb von 3,5 µsec auf ihren maximalen Wert und fällt nach 33 µsec innerhalb von 3,5 µsec wieder ab. Aus dem unteren Signal ist zu erkennen, daß nach 330 µsec beim Zurücklaufen keine Reflexionen beim Übergang von der Kupferstange auf die Stahlstange auftreten, die akustische Anpassung also gut ist. In der Zeit von 33 µsec hat die Welle 76,0 mm, den doppelten Abstand des D M S vom freien Ende, zurückgelegt. Damit ergibt sich eine Schallgeschwindigkeit von 2303 m/sec. Berechnet man nach

$$\sqrt{\frac{G}{\varrho}} = c_T^S$$

die Schallgeschwindigkeit, so ergibt sich ein Wert von

2307 m/sec. Die Übereinstimmung liegt im Rahmen der Meßgenauigkeit.

Wird eine Probe von 34 mm Länge angeklebt, ergibt sich das folgende Signal (s.Abb. 7).

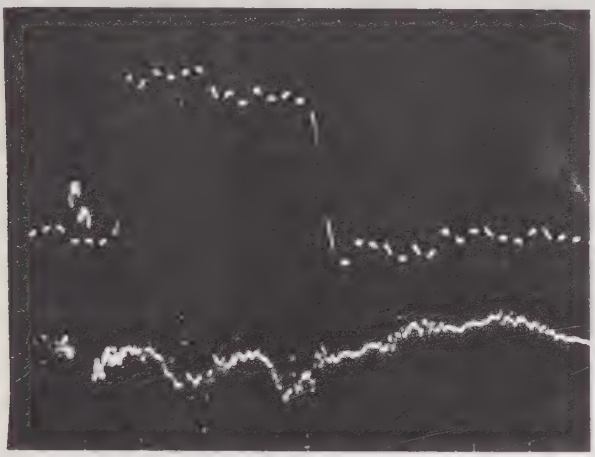


Abb. 7 Meßsignal bei einem Versuch mit angeklebter Probe.
Skalen: oberes Signal 20 µsec/div
unteres Signal 200 µsec/div
Empfindlichkeit 5 mV /div

Nach 33 µsec fällt das Signal etwas ab. Da die akustische Anpassung durch den Kleber (UHU hart) gestört ist, wird ein Teil der Welle reflektiert. Nach 40 µsec ist die Amplitude in der Probe voll aufgebaut und fällt nach 72 µsec wieder ab. Die Laufzeit in der Probe beträgt danach ungefähr 39 µsec und mit der Probenlänge ergibt sich eine Schallgeschwindigkeit von 1743 m/sec. Im Vergleich dazu erhält man aus den Werten der elastischen Konstanten einer Legierung von Cu 1,03At% Ge nach (7) einen Wert von 2127 m/sec. Für die spätere Auswertung wurde der berechnete Wert herangezogen.

Zur Verlängerung der Pulsdauer wird an die Probe eine Kupferstange mit 10,56 mm Durchmesser und verschiedener Länge angeklebt.

Aus der Signalhöhe kann die Spannung berechnet und mit der durch das angelegte Drehmoment erzeugten verglichen werden: Der D M S hat eine Meßlänge S und ist unter dem Winkel φ zum Umfang des Stabes aufgeklebt. (s.Abb. 8)

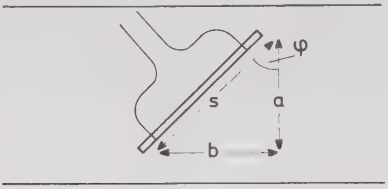


Abb. 8 Auf die Kupferstange geklebter D M S

Wird der Stab tordiert, ändert sich die Meßlänge S um dS und a um da , während b beibehalten wird und man erhält nach Entwicklung für die Dehnung des D M S

$$\frac{dS}{S} = \frac{a}{S^2} \, da \qquad (8)$$

Diese Dehnung wird von dem angelegten Drehmoment M_o hervorgerufen, von dem in der Kupferstange mit dem Radius r nach Kapitel 2 nur die Hälfte wirksam wird. Mit der Definition des Schubmoduls

$$\frac{da}{b} = \frac{\tau}{G}$$

und Gleichung (3) gilt

$$\frac{da}{b} = \frac{M_o}{\pi \, r^3 \cdot G} \qquad (9)$$

Für die Dehnung des D M S erhält man aus (8) und (9)

$$\frac{da}{S} = \frac{\sin\varphi \cdot \cos\varphi \cdot M_o}{G \cdot \pi \cdot r^3} \qquad (10)$$

Die für den D M S typische Größe ist der K - Faktor, der Dehnung dS / S und Widerstandsänderung dR / R des D M S durch

$$\frac{dR'}{R'} = K \cdot \frac{dS}{S}$$

verbindet, wobei R' der Widerstand des aufgeklebten D M S und dR' die aus einer Dehnung resultierende Widerstandsänderung ist.

Aus der Brückenschaltung des D M S (s.Abb. 4) erhält man bei einer Brückenspannung U_o für eine Widerstandsänderung dR' des D M S eine Spannung U_A am Oszillographen

$$U_A = \frac{dR'/R'}{4 \cdot (1 + R/R')} \; U_o \qquad (11)$$

Aus (9) (10) (11) ergibt sich damit ein Zusammenhang zwischen der angezeigten Spannung U_A und dem angelegten Drehmoment M_o:

$$U_A = \frac{K \cdot \sin\varphi \cdot \cos\varphi}{4\,G \cdot r^3 \,(1 + R/R)} \; U_o \cdot M_o$$

Setzt man in diese Gleichung die Werte ein,(s. Anhang) wobei beim K - Faktor die Vordehnung durch das Aufkleben berücksichtigt werden muß, erhält man die Beziehung

$$U_A \; [mV] = 2{,}850 \cdot L \; [Kp]$$

wobei L die an das Drahtseil gehängte Last ist. In Diagramm 1 sind die im ersten Teil des Signals gemessenen Spannungen, wenn die Welle sich in der Kupferstange ausbreitet, als Funktion der Last aufgetragen. Die durchgezogene Linie entspricht der berechneten Spannung.

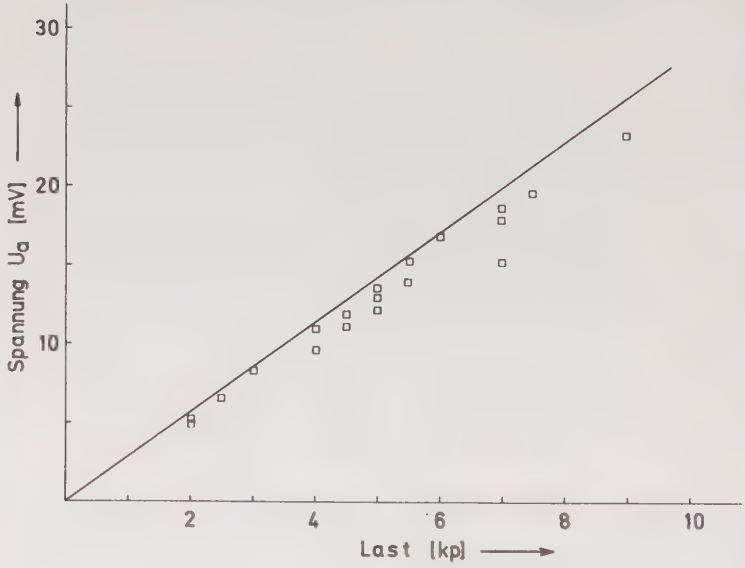


Diagramm 1 Angezeigte Spannung als Funktion der Last

Die Abweichungen nach unten können die Folge einer unvollständigen Sprengung der Folie sein, sodaß ein Teil des Drehmomentes dazu benutzt werden muß, um die Glasplatte von der Halterung vollständig zu lösen. Außerdem können bei den hohen Lasten durch die genaue Führung in den Bronzelagern Reibungsverluste auftreten.

3. Das Anätzen von Versetzungen

Auf Kristalloberflächen können die Durchstosspunkte von Versetzungen durch Anätzen sichtbar gemacht werden. Je nach Art des Ätzmittels werden dabei

- nur die Versetzungen angeätzt, in deren Spannungsfeld sich Fremdatome angesammelt haben oder
- alle Versetzungen angeätzt.

Bei dem ersten Verfahren werden nur die eingewachsenen Versetzungen sichtbar gemacht; frisch eingebrachte werden erst nach Dekoration durch eine Glühbehandlung angeätzt. Dafür können die Oberflächen oft eine beliebige kristallographische Orientierung haben. Im Gegensatz dazu arbeitet das zweite Verfahren nur auf dichtest gepackten Ebenen.

Durch die geforderte Isotropie der Torsionswellengeschwindigkeit ist es nicht möglich, die Orientierung der Probe so zu wählen, dass die Oberfläche eine dichtest gepackte Ebene enthält. Vielmehr ergeben sich mit einer $\langle 111 \rangle$-Orientierung der Probenachse 6 tangentiale $\{110\}$-Ebenen zur Versetzungsbeobachtung (s.Abb. 15). Im Gegensatz zu 9 nächsten Nachbarn in einer dichtest gepackten Oberflächenebene hat in einer $\{110\}$-Ebene jedes Atom 7 nächste und 2 übernächste Nachbarn. Dadurch sind in dieser Oberfläche durch die Atomanordnung schon "Störungen" eingebaut und die durch eine durchstossende Versetzung hervorgerufene Störung ist deshalb im Vergleich zu dichtest gepackten Ebenen geringer. Eine weitere "Störung" stellen die zulegierten Ge-Fremdatome dar, da sie einen Grössendefekt von $\delta = \frac{1}{a}\frac{da}{dc} = 0{,}093$[7] besitzen.

In der Literatur[12] sind für die dichtest gepackten Ebenen in reinem Kupfer zahlreiche Ätzmittel angegeben, die nach beiden Verfahren arbeiten. Man findet jedoch nur bei Young[13] ein Ätzmittel, das auf $\{110\}$-Ebenen Versetzungen anätzt. Mit diesem Ausgangspunkt war es das Ziel ein Ätzmittel zu entwickeln, das

- sowohl eingewachsene, als auch frisch eingebrachte Versetzungen anätzte,

- eine Doppelätzung zuliess, wobei alte und neue Ätzgrübchen (Pits) zu unterscheiden waren,
- reproduzierbar arbeitete.

Gerade die Erfüllung des letzten Punktes bereitete einige Schwierigkeiten.

Alle diese Forderungen wurden für eine $\{110\}$ -Ebene eines Cu - 1At% Ge Mischkristalles von dem Ätzmittel mit der Zusammensetzung

0,8 M Ammoniumperoxydisulfat $(NH_4)_2 S_2 O_8$
0,2 M Ammoniumchlorid $(NH_4) Cl$
3-4 M Ammoniumhydroxyd $(NH_4) OH$

erfüllt (s.Abb. 9).

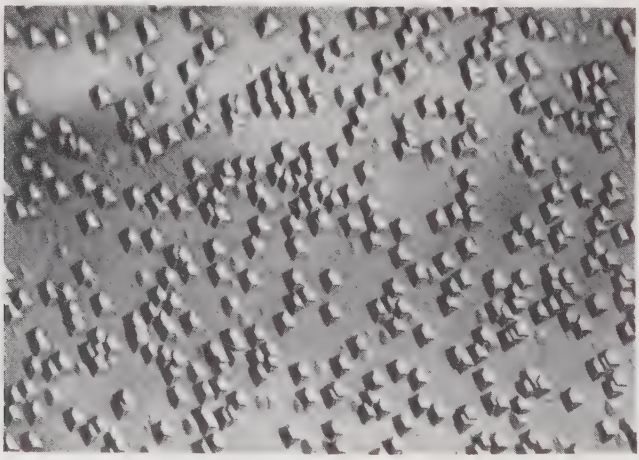


Abb. 9 Versetzungen auf einer (110)- Fläche eines Cu - 1At% Ge Mischkristalls (Vergrösserung 1150X).

Dabei mussten die folgenden Punkte beachtet werden: Die Probe musste homogenisiert sein. Vor dem Ätzen war der Kristall in 60% Phosphorsäure bei einer Potentialdifferenz von 1,8 Volt zu polieren (s.Diagramm 2) und gleich nach dem sorgfältigen Abspülen mit dest. Wasser für 10-15 sec in die

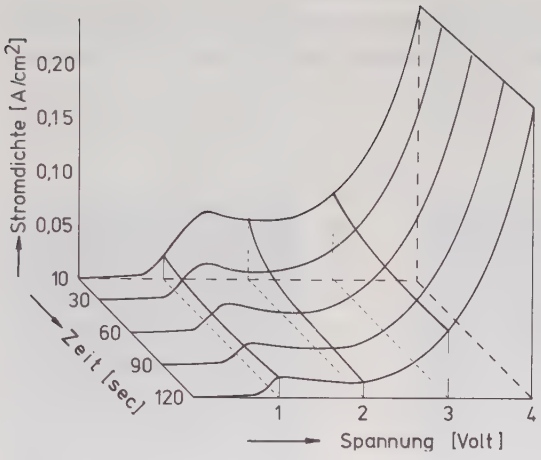


Diagramm 2 Stromspannungskurve als Funktion der Zeit für Cu - 1At% Ge.

frisch angesetzte Ätzlösung zu tauchen. Danach war wieder mit dest. Wasser, anschliessend mit Methanol zu spülen und mit dem Fön zu trocknen. Wurden diese Punkte nicht beachtet, ergab sich meist ein körniger Untergrund, auf dem die Pits schwer auszumachen waren und der eine Doppelätzung ausschloss. Für eine Doppelätzung war die Probe vor dem zweiten Ätzen nur für 30 sec elektrolytisch zu polieren. Dadurch ergaben sich für die alten Pits flache Mulden, im Gegensatz zu den scharf begrenzten neuen Pits (s.Abb. 10).

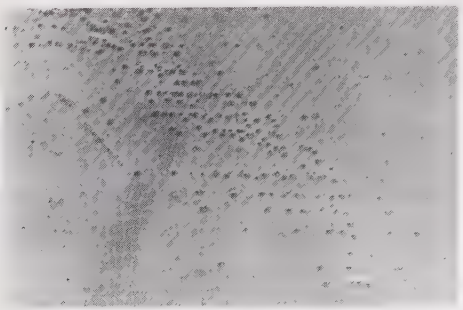
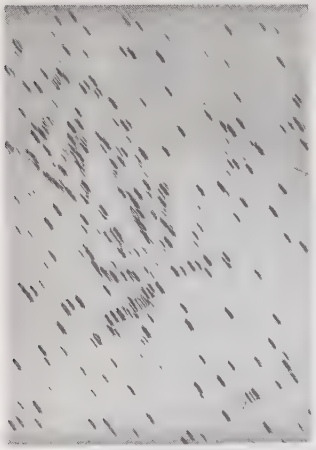


Abb. 10 Doppelätzung, die alten Pits sind flache Mulden, die neuen scharf begrenzt. (Vergr. 230X)

Die Pitform kann durch Änderung der Zusammensetzung des Ätzmittels geändert werden (s.Abb. 11). Die dafür entscheidende Komponente ist das Peroxydisulfat, während die Konzentration des Hydroxyds primär den Untergrund



a)

c)

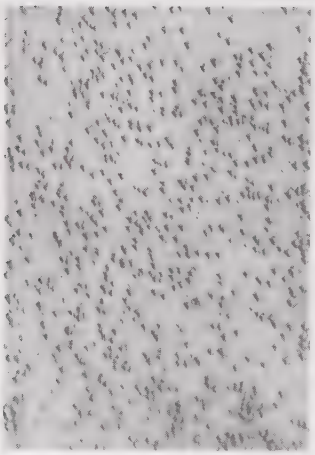


Abb. 11 Verschiedene Pitformen auf Grund unterschiedlicher Ätzlösungen.

a) 0,6 M $(NH_4)_2S_2O_8$

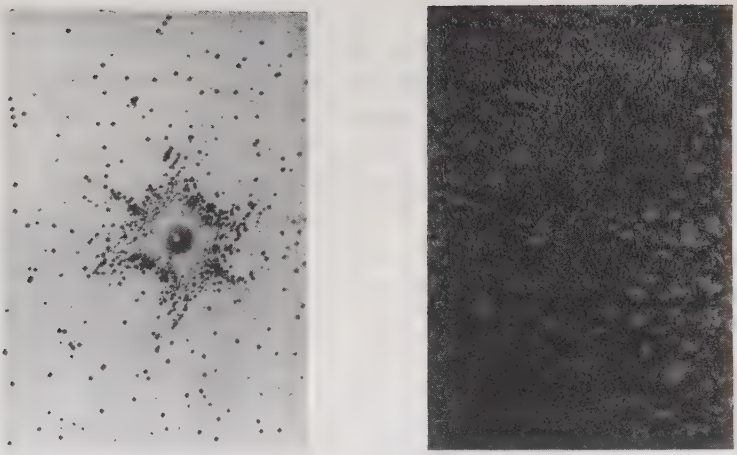
b) 0,8 M + 0,2 M $(NH_4)Cl$

c) 1,0 M + 4 M $(NH_4)OH$

Nach Young[13] sollte das Ätzmittel auf der Basis des Ammoniumperoxydisulfates alle Versetzungen anätzen. Jedoch berichtet er von unterschiedlichen Pitformen auf einer $\{110\}$-Fläche in reinem Kupfer. Nach einer Glühbehandlung werden frisch eingebrachte und vor der Glühung vorhandene Versetzungen verschieden angeätzt. Eigene Untersuchungen ergaben, dass nur in Einzelfällen die frisch eingebrachten Versetzungen als kleine Punkte zu erkennen waren (s.Abb. 12). Erst nach einer Glühbehandlung von 12h bei 350°C unter Argonatmosphäre konnten diese Versetzungen angeätzt werden, wie Abb. 13 für einen Mikrohärteeindruck mit 17p und eine bis $2\tau_0$ druckverformte Probe zeigt. Die Oberfläche konnte dabei bis zu 10° von der $\langle 110\rangle$-Orientierung abweichen.

Abb. 12 Durch einen Härteeindruck erzeugte Versetzungen, angeätzt ohne Glühbehandlung (Vergr. 575X).

Es war ausserdem festzustellen, dass nach einer kürzeren Glühbehandlung bei gleicher Temperatur sich die Pits nur schwach entwickelten. Auf Grund dieser Beobachtung kann gesagt werden, dass das Ätzmittel in der Legierung nur die



a) Mikrohärteeindruck b) Druckverformt bis $2\tilde{\iota}_o$

Abb. 13 Eingebrachte Versetzungen werden nach einer Glühbehandlung von 12h bei 350° C sichtbar (Vergr. 230X).

dekorierten Versetzungen anätzt und somit zum Anätzen der eingebrachten Versetzungen diese erst durch Glühen zu dekorieren waren. Dadurch war es nicht möglich, die Versetzungsgeschwindigkeit frisch eingebrachter Versetzungen direkt zu messen.

4. Probenherstellung

Zur Untersuchung wurde eine verdünnte Legierung von Kupfer mit Germanium gewählt, da hier schon geringe Zusätze an Ge - Fremdatomen eine deutliche Erhöhung der kritischen Schubspannung zur Folge haben. Andererseits bedingen die geringen Fremdatomkonzentrationen eine Vereinfachung bei der Kristallzucht und nur eine geringe Änderung im chem. Verhalten, sodaß z.B. beim Polieren schon bekannte Verfahren herangezogen werden konnten. Auf Grund der Verformungsart sollten die runden Proben bei einem Durchmesser von 10,56 mm eine ⟨111⟩ - Orientierung der Stabachse haben und die {110} - Flächen auf der Oberfläche zur besseren mikroskopischen Beobachtung der Versetzungen möglichst eben sein. Die Proben sollten homogen sein und eine möglichst niedrige Versetzungsdichte besitzen.

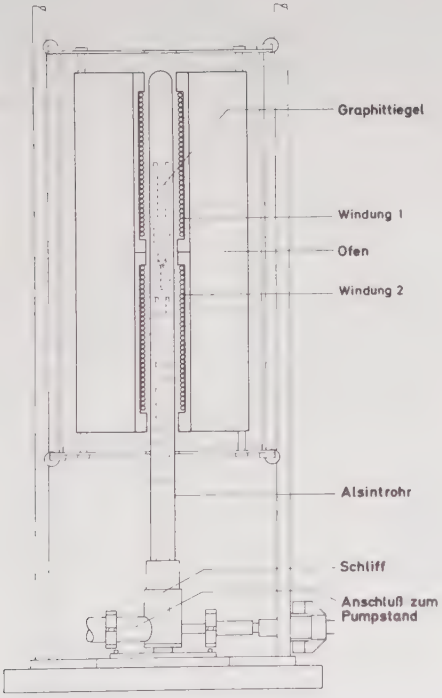


Abb. 14 Kristallzuchtanlage

4.1 Kristallzucht

Zur Herstellung der Einkristalle nach dem Bridgmanverfahren wurde eine neue Apparatur aufgebaut (s.Abb. 14).

Damit die Erschütterungen des Kristalls während des Ziehvorganges möglichst gering sind, wird der Kristall in einem Tiegel aus hochreinem Graphit in einem Alsintrohr fest angebracht. Durch einen Schliff ist das Rohr mit einer Halterung verbunden, die justierbar in einem Gestell zur Ofenführung befestigt ist. An der Halterung befindet sich der Anschluß zur Vakuumanlage, die Pennig - Meßröhre zur Bestimmung des Druckes und das Belüftungsventil. Zur Vermeidung von Erschütterungen ist das Gestell auf einer Betonplatte angebracht, die auf Korkunterlegern ruht. Außerdem befinden sich in den Anschlüssen zur Vakuumanlage Faltenbälge. Der Motor zum Ziehen des Ofens ist nicht mit dem Gestell verbunden. Durch Ausgleichsgewichte

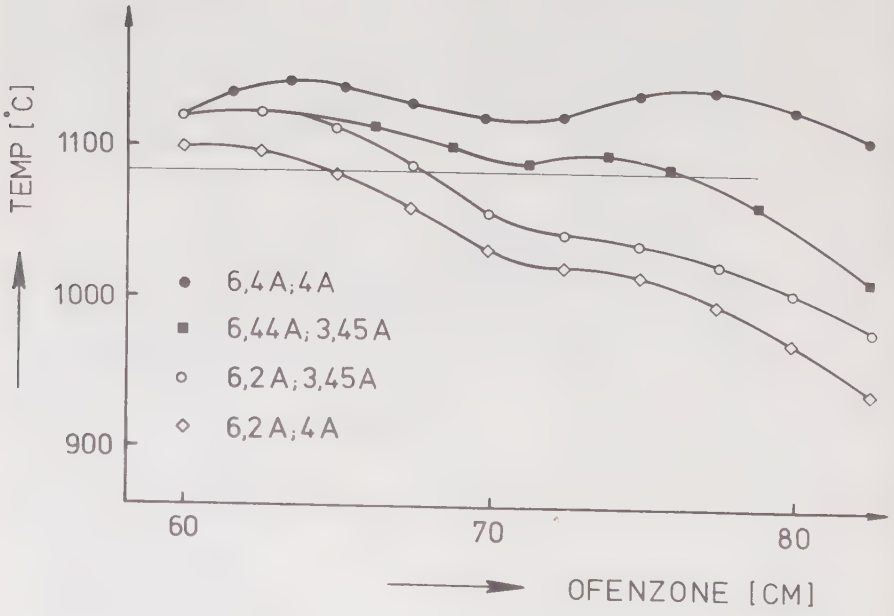


Diagramm 3 Temperaturverteilung im Ziehofen bei unterschiedlichen Strömen in den beiden Wicklungen

wird die Bewegung des Ofens erleichert. Zur Einstellung eines bestimmten Temperaturgradienten ist der Ofen mit zwei getrennten Wicklungen versehen, deren Ströme durch Stelltransformatoren getrennt geregelt werden können. Die Temperaturverteilung im Ofen als Funktion der Ströme in den verschiedenen Wicklungen ist in Diagramm 3 wiedergegeben. Die eingezeichnete Linie bezeichnet die Schmelztemperatur von reinem Kupfer bei 1083°C.

Die Herstellung der Kristalle geschah in zwei Stufen. Zuerst wurde aus Kupfer (99,999% der PREUSSAG AG) und Germanium (99,999%) in einem Pytagorastiegel in der oben beschriebenen Apparatur eine Legierung von Cu-1At% Ge erschmolzen. Vor dem Einwiegen wurde das Kupfer in einer Lösung aus 1Teil Phosphor - 1Teil Essig-und 1Teil Salpetersäure und das Germanium in einer C P 4 - Lösung gereinigt. Die Gesamteinwaage betrug ca 50g. Um eine gute Durchmischung zu erreichen, wurde die Legierung für 6h unter Hochvakuum in der Schmelze gehalten, dann der Ofen mit einer Geschwindigkeit von 2cm/h nach oben gezogen. Der Rohling hatte einen Durchmesser von 11 mm und besaß eine glatte, lochfreie Oberfläche. Dann wurde aus zwei Rohlingen der Einkristall nach dem Bridgmanverfahren in einem Tiegel aus hochreinem Graphit gezogen. Um während der Legierungsherstellung entstandene Seigerungen auszugleichen, wurden die Rohlinge bei der Einkristallherstellung umgedreht. Zur genauen Orientierung der Einkristalle wurde ein $\langle 111 \rangle$ - orientierter Impfkristall aus reinem Kupfer verwendet. Zwischen Impfkristall und Rohling befand sich eine Blende mit einem Innendurchmesser von 0,5 mm, die ein Weiterwachsen der im Keim befindlichen Versetzungen verhindern sollte. Die Ziehgeschwindigkeit des Ofens betrug 1cm/h, der Gradient in der Schmelzzone ca. 10°C/cm. Bei den so hergestellten Einkristallen betrug die Abweichung der Stabachse vom $\langle 111 \rangle$ - Pol weniger als 1°, die Kristalle waren auch frei von Kleinwinkelkorngrenzen.

4.2 Herstellung der Probenform

Aus dem Mittelteil der Einkristalle mit einer Länge von ca. 100 mm und einem Durchmesser von 11,0 mm wurde mit der Funkenerosion eine Probe von 40 mm Länge herausgeschnitten. Beide Endflächen wurden mit Hilfe der Funkenerosion senkrecht zur Probenachse poliert. Danach wurde die Probe in einer speziellen Halterung nach einer Laue-Rückstrahlaufnahme so justiert, daß auf der zylindrischen Oberfläche mit der Funkenerosion eine $\{110\}$ - Fläche erodiert werden konnte. Insgesamt entstanden so 6 Facetten, entsprechend den 6 möglichen $\{110\}$ - Flächen bei einer $\langle 111 \rangle$ - orientierten Stabachse (s. Abb. 15).

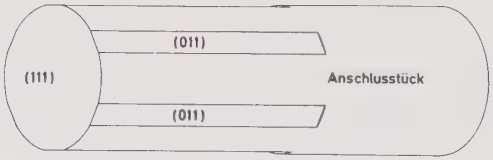


Abb. 15 Probenform

Das Anschlußstück wurde elektrolytisch auf einen Durchmesser von 10,56 mm poliert. Dazu drehte sich die Probe über einem rotierenden Polierrad aus Edelstahl, das in einem Elektrolyten aus 60% Phosphorsäure tauchte. Die Potentialdifferenz betrug 9 Volt. Um die durch die Funkenerosion eingebrachten Versetzungen zu beseitigen, wurde nach dem gleichen Verfahren in dem Probenteil mit den Facetten eine Schicht von 0,2 mm abgetragen.

4.3 Glühbehandlung

Durch eine spezielle Glühbehandlung sollte die Probe homogenisiert und die Versetzungsdichte erniedrigt werden.

Dazu befand sich die Probe in einem Graphitschiffchen in einem waagerechten Quarzrohr, über das ein Ofen periodisch hin und her gezogen wurde. Aufgrund der Temperaturverteilung im Ofen erfuhr die Probe so eine periodische Temperaturänderung. Der Ofen wurde durch eine stabilisierte Stromversorgung auf konstanter Temperatur gehalten. Durch die Geschwindigkeit der Ofenbewegung konnte die Periodendauer variiert werden. Ein typischer zeitlicher Verlauf der Temperatur an der Probe ist in Diagramm 4 dargestellt.

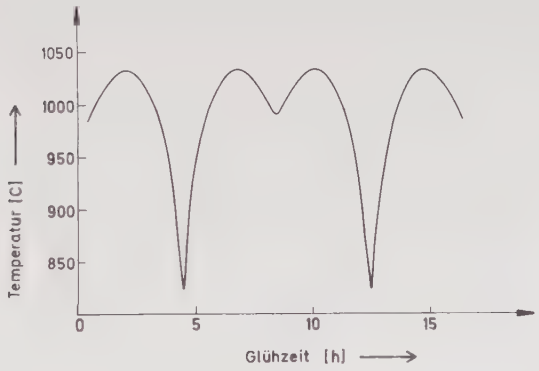


Diagramm 4 Temperaturverlauf bei der zyklischen Glühbehandlung

Um eine Versetzungsdichte von 10^4 cm^{-2} zu erhalten, mußten die Proben für 8 Tage geglüht und zum Schluß in 24h abgekühlt werden. Dabei lag die Maximumtemperatur 5-10°C unter der Solidustemperatur der Legierung. Ein Einfluß der Periodendauer (bei einer Variation von 2 - 5h pro Zyklus) und der Minimumtemperatur (zwischen 700 und 900°C) war nicht zu beobachten.

Die Glühung fand unter Argonatmosphäre statt, wobei das Argon in einer 1 M Lösung von Pyrogallol in 5 M K (OH) vom Restsauerstoff befreit wurde. Normaler-

weise waren die Proben nach dem Glühen hochglänzend und konnten zu den Untersuchungen herangezogen werden. Wurde auf die Reinigung des Argon verzichtet, mußte durch elektrolytisches Polieren noch eine Schicht von ca 100 µm abgetragen werden, um eine Oberfläche mit niedriger Versetzungsdichte zu erhalten. Außerdem schien die Versetzungsdichte auf den Seiten der Probe, die auf dem Graphitschiffchen lag, höher zu sein, als auf den anderen. Eine Untersuchung der Probe mit der Mikrosonde ließ nach dieser Glühbehandlung keine Konzentrationsschwankung erkennen.

5. Versuchsführung und Ergebnisse

Wegen der Ätztechnik ergab sich grundsätzlich die folgende Versuchsführung: Nach einem kurzen elektrolytischen Polieren wurde die Probe in einer frischen Lösung des Ätzmittels angeätzt. Dann wurde auf Flächen mit niedriger Versetzungsdichte ($10^4 cm^{-2}$) mit verschiedenen, weiter unten beschriebenen Verfahren Versetzungen eingeführt. Darauf wurde die Probe mit UHU "Hart" an die Kupferstange und diese nach dem Aushärten des Klebers mit UHU "endfest 300" an die Glasscheibe der Verformungsapparatur geklebt. Die Klebestellen an der Apparatur wurden dann für 3 Std. mit dem Rohrofen erwärmt. Nach einer Abkühlzeit von 4h erfolgt die Verformung der Probe, wobei das Signal der Meßbrücke zur Bestimmung der Schubspannung registriert wurde. Der untere Teil der Kupferstange wurde nach dem Versuch in Aceton getaucht, um die Probe abzulösen. Die Klebstoffreste mußten sorgfältig durch Spülen mit Aceton entfernt werden, da sonst die zweite Ätzung beeinträchtigt wurde. Zur Versetzungsdekoration wurde die Probe dann unter Argonatmosphäre für 12h bei $150^{\circ}C$ geglüht. Vor dem erneuten Anätzen war die Probe wieder für 30sec elektrolytisch zu polieren. Zur Auswertung wurden die interessierenden Gebiete fotografiert.

Die Behandlung der Probe bei diesen Operationen mußte sehr vorsichtig sein, um nicht durch irgendeine Beanspruchung mechanischer Art neue Versetzungen zu erzeugen. Die Probe wurde deshalb immer mit einer Halterung am Anschlußstück gefaßt und in dieser bei allen Operationen gehalten.

Durch die Wirkungsweise des Ätzmittels war das eigentliche Ziel der Arbeit, die VG an frischen Versetzungen zu messen, unmöglich. Da die Anfangsposition der eingebrachten Versetzungen erst nach einer Deko-

ration sichtbar gemacht werden konnten, wurden deshalb zuerst Verfahren angewandt, die eine Messung aus den Endpositionen zuließ. Denn bei der gewählten Verformungsart ist die Verformungszeit proportional zum Abstand vom freien Ende und somit sollten auch die Laufwege der Versetzungen mit ihrem Abstand vom freien Ende zunehmen.

Eine zusätzliche Schwierigkeit bestand im Anfang darin, daß die Größenordnung der zu messenden Geschwindigkeit unbekannt war. Sie liegt für reines Cu[10] in der Größenordnung 10 m/sec, für die einzige gemessene Legierung Cu - 0,35At.% Ni[6] bei 1 m/sec. Für eine Versetzung im Abstand von 1 cm vom Probenende würden sich damit maximale Laufwege von 10 - 100 μm ergeben und damit eine Messung ermöglichen, falls sich die gewählte Legierung ähnlich verhalten würde wie Cu oder Cu - 0,35At.% Ni.

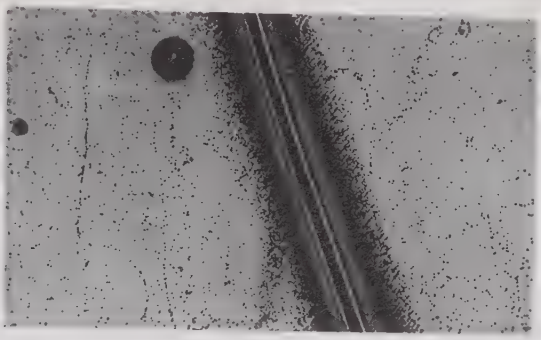
5.1 Einbringen frischer Versetzungen durch Kratzer

Zuerst wurde versucht, durch einen Kratzer mit einer Diamantnadel in der Probe (Cu - 1At.% Ge) Versetzungen zu erzeugen. Dazu wurde am Mikroskop an einer dünnen Stahlfeder die Diamantnadel eines Plattenspielers so befestigt, daß sie bei kleiner Vergrößerung im Mikroskop sichtbar wurde. Die am Mikroskoptisch befestigte Probe wurde von unten gegen die Nadel geführt und dann die Nadel mit 10 p belastet. Die Probe wurde nun bewegt und so ein Kratzer auf der Oberfläche erzeugt.

Eine Probe (Cu - 1At.% Ge) mit einem Kratzer, wurde mit einer Schubspannung von 290 p/mm^2 in der Apparatur verformt. Nach dem Glühen und Ätzen ergab sich an dem Kratzer für zwei verschieden weit vom freien Ende der Probe gelegene Gebiete die in Abb. 16 dargestellte Versetzungskonfiguration. Ein Unterschied in den Laufwegen der Versetzungen in Bezug zum Kratzer längs der Probe ist nicht festzustellen. Man erkennt, daß fast alle

Versetzungen auf einem Gleitsystem liegen, das bei der Torsionsbeanspruchung den geringsten Schmidfaktor besitzt und so nur eine geringe Schubspannung erfährt.

a)



b)

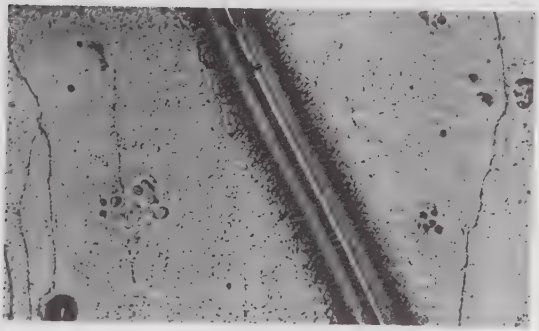


Abb. 16 Kratzer auf einer Cu 1% Ge Probe nach Verformung mit 290 p/mm^2
a) 4,5 mm vom freien Ende
b) 10 mm vom freien Ende
In a) sind die Spuren der Gleitebenen eingetragen

Versuche, durch Änderung der Kratzrichtung oder durch den Eindruck mit einer Skalpellklinge in verschiedenen Richtungen, den Anteil der Versetzungen auf dem Hauptgleitsystem zu erhöhen, führten zu keinen Ergebnissen, worauf diese Methode verworfen wurde.

5.2 Einbringen frischer Versetzungen durch Mikrohärteeindrücke

Um den Anteil der Versetzungen im Hauptgleitsystem zu erhöhen, wurden mit dem Mikrohärteprüfer in der Probe Härteeindrücke erzeugt. Nach dem folgenden Verfahren wurden verschiedene Versuche durchgeführt: Vor der Verformung wurden in verschiedenen Abständen vom freien Ende der Probe mit gleicher Auflagekraft (17 p) Härteeindrücke erzeugt. Nach der Verformung wurden neben den vorhandenen Eindrücken zum Vergleich mit gleicher Auflagekraft neue Härteeindrücke gemacht. Die Härteeindrücke besaßen alle die gleiche Lage in Bezug auf die Kristallographie der Probe und konnten sehr gut reproduziert werden.

Zur Verlängerung der Pulsdauer wurde an die Probe noch eine 48,5 mm lange Kupferstange geklebt. Die dadurch entstandene Verlängerung des Pulses ist aus Abb. 17

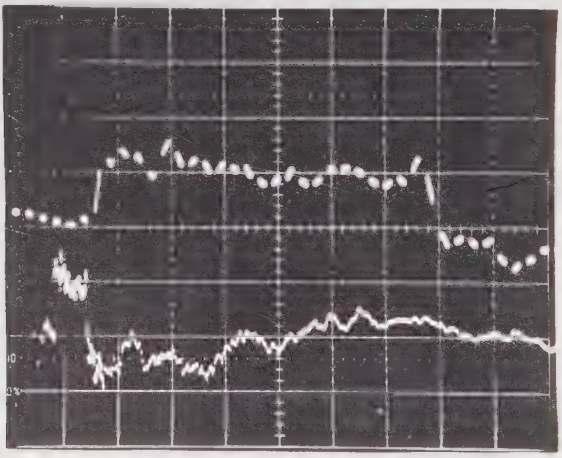


Abb. 17 Meßsignal bei einem Versuch mit angeklebter Probe und einer Verlängerung von 48,5 mm
Skalen: oberes Signal 20 µsec/div
unteres Signal 200 µsec/div
Empfindlichkeit 5 mV /div

zu ersehen. Zur Auswertung wurden auf den Aufnahmen (s.Abb. 18) um die Härteeindrücke Kreise mit Radien von 50, 60, 70 und 80 µm geschlagen und die Anzahl der Versetzungen in den Kreisringen bestimmt.

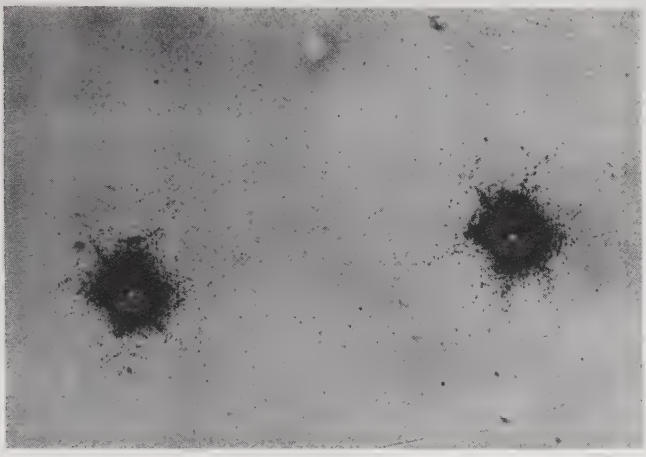


Abb. 18 Zwei Härteeindrücke (17 p) auf einer Cu 1% Ge Probe. Der linke wurde vor, der rechte nach der Verformung erzeugt. Die Kreisradien sind 50, 60, 70 und 80 µm.

Für eine Cu 1% Ge Probe mit dem in Abb. 16 dargestellten Verformungspuls, der einer Schubspannung von 211 p/mm^2 entspricht, wurde die Versetzungszahl in den Kreisringen als Funktion des Abstandes vom freien Ende aufgetragen. Vergleicht man die Anzahl in einem Kreisring um einen Härteeindruck, der eine Verformung erfuhr (gefüllte Symbole in Diagramm 5), mit der Anzahl der Versetzungen in einem entsprechenden, der nicht verformt wurde (offene Symbole), so lassen sich keine eindeutigen Verschiebungen erkennen. Vor allem ist auch keine Abhängigkeit vom Abstand vom freien Probenende zu erkennen; eher scheint ein umgekehrtes Verhältnis vorzuliegen, nämlich, daß bei

längerer Verformungszeit die Laufwege kürzer werden. Ein solches Verhalten ließe sich in keiner Weise erklären.

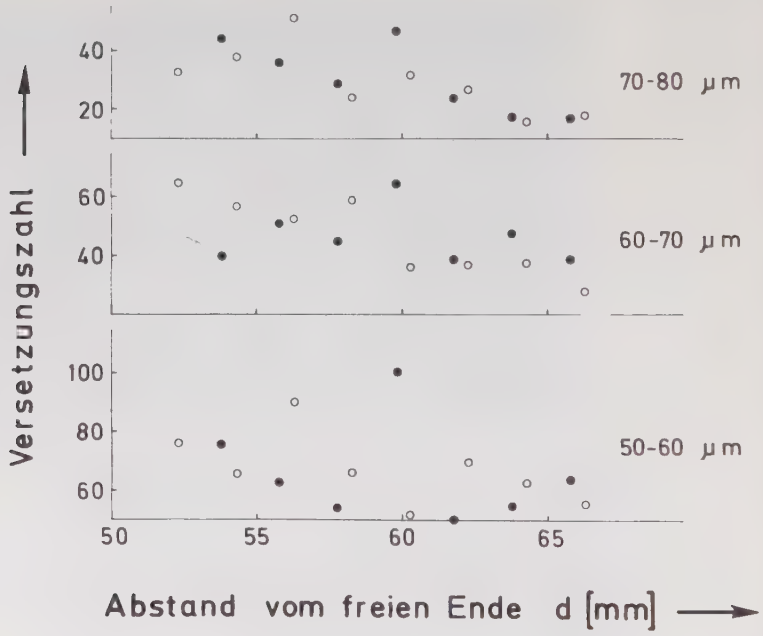


Diagramm 5 Die Versetzungszahl als Funktion des Abstandes vom freien Ende in den verschiedenen Kreisringen (offene Symbole ohne, gefüllte mit Verformung)

Als Folge der Untersuchungen nach den beiden oben beschriebenen Verfahren ergab sich damit:

Die Versetzungsgeschwindigkeit in einer Cu 1At% Ge Legierung scheint für Spannungen in der Größenordnung der kritischen Schubspannung (ca 450 p/mm^2) kleiner als 0,2 m/sec zu sein.

5.3 Doppelätzung eingewachsener Versetzungen

Für die weiteren Versuche wurde eine Legierung von 0,36At% Ge gewählt, da mit dem angewandten Verformungsverfahren zur Erzielung größerer Laufwege in einer 1At%Ge Legierung keine wesentlich höheren Spannungen erzielt werden konnten und andererseits eine Verlängerung der Pulsdauer über 100 µsec nicht möglich war. Das Ätzverhalten dieser Proben unterschied sich nicht von denen mit höheren F A - Konzentrationen. Es wurde deshalb ein modifiziertes Verfahren angewandt. Die Proben wurden angeätzt, mit Härteeindrücken versehen und die Gebiete um die Härteeindrücke fotografiert. Nach Impulsverformung und Glühen wurde die Probe erneut angeätzt. War erst das zweite Ätzen erfolgreich, konnte die Versetzungskonfiguration um den Härteeindruck fotografiert werden und der Härteeindruck als Ausgangspunkt benutzt werden. Ein Vergleich der Aufnahmen vor und nach der Impulsverformung geschah mit Hilfe eines Blinkkomperators oder nach Abzug beider Bilder auf transparente Folien. Diese konnten auf einem Lichtkasten verglichen werden.

Gelang andererseits eine Doppelätzung wurden Teile der Probenoberfläche fotografiert und auf den Bildern. nach Zuordnung der Pits, die Laufwege der eingewachsenen Verstzungen ausgemessen (s.Abb. 19,20). Versuche, die Laufwege frischer Versetzungen mit Hilfe der Folien zu messen, waren nicht möglich, da eine Unterscheidung zwischen gelaufenen eingewachsenen und gelaufenen frischen Versetzungen nicht möglich war.

Zur Bestimmung der Spur der Hauptgleitebene H auf den Bildern war die Kamera bei der Aufnahme so justiert, daß die Hauptgleitebenenspur parallel zur Bildkante war. Als zusätzliche Information konnte in einigen Fällen die Kristallographie der Pits zur Orientierungsbestimmung herangezogen werden, da bei der rechteckigen Form die lange Kante parallel zur

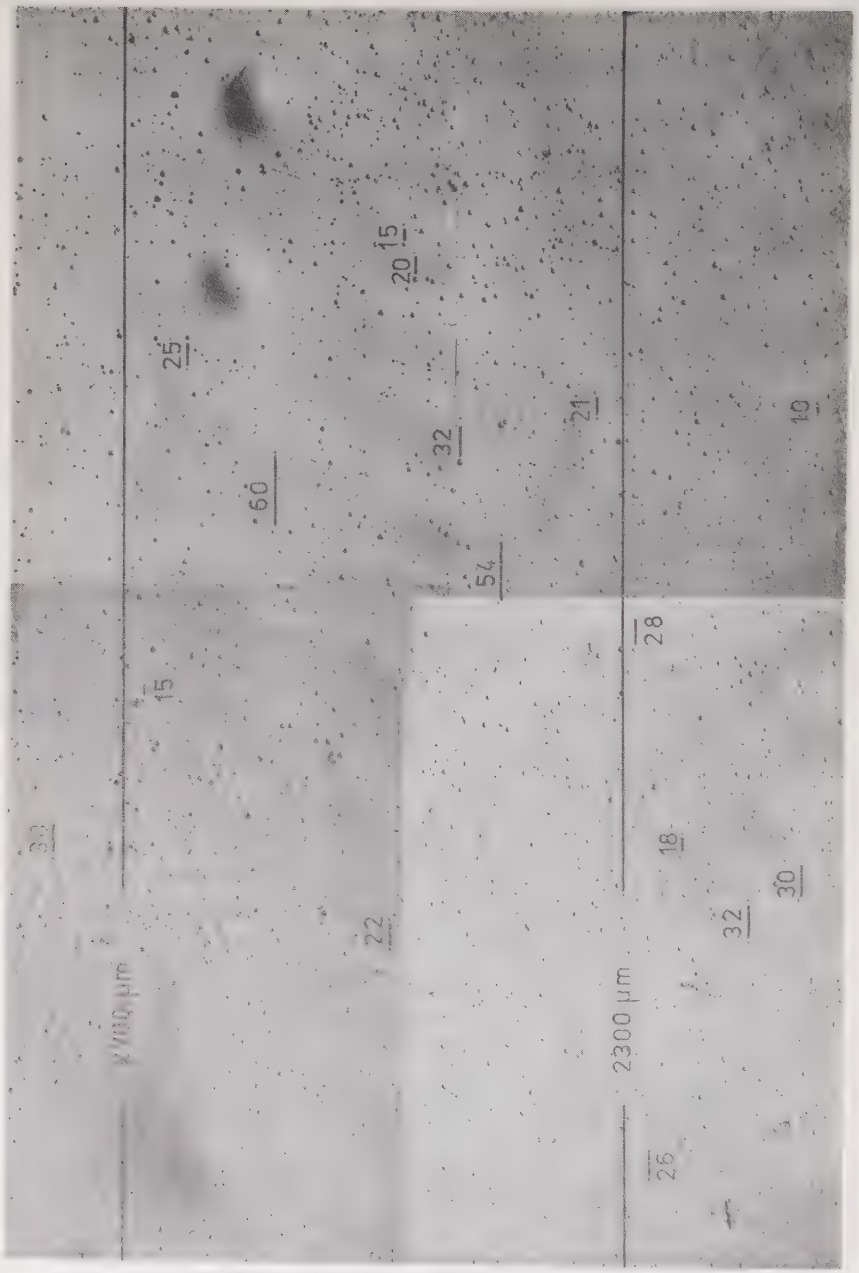
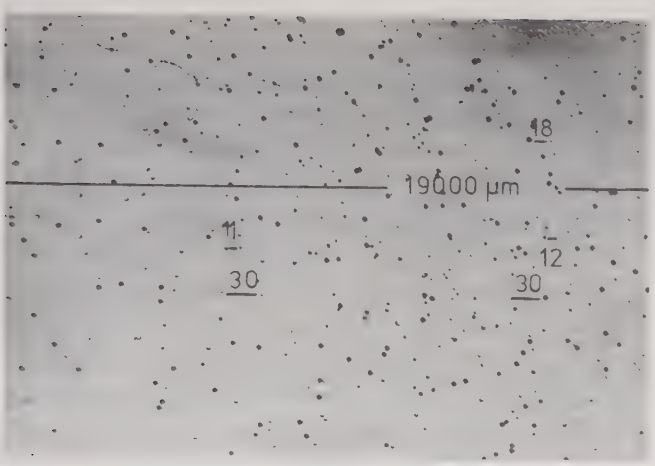
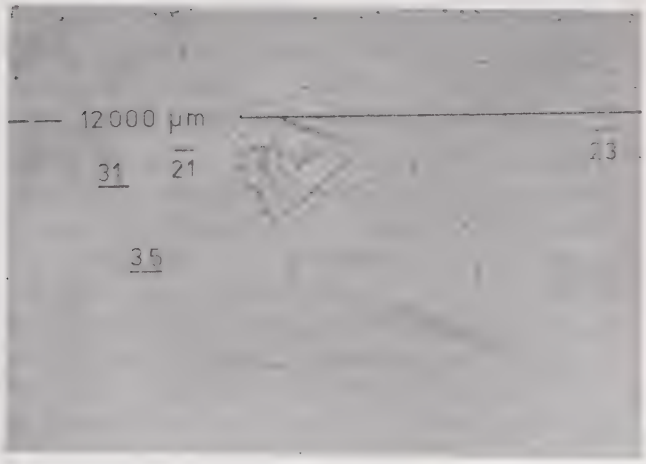


Abb. 19 Doppelätzung und Laufwege auf Probe 3 vor und nach Versuch Nr. 67. Die durchgezogenen Linien geben den Abstand vom Probenende (rechts) an.



a)



b)

Abb. 20 Doppelätzung und Laufwege bei Probe 3
a) bei Versuch Nr. 69
b) bei Versuch Nr. 74

Spur eines Nebengleitsystems ist. Die neue Position der eingewachsenen Versetzungen erscheint auf den Aufnahmen als kleiner scharfer Punkt, während die alte Position durch das erneute Polieren vor dem zweiten Ätzen als flache Mulde erkennbar ist. Durch Parallelverschiebungen eines Lineals wurden nun diejenigen alten und neuen Positionen miteinander verbunden (s.Abb. 19,20), die

- genau parallel zur Spur des Hauptgleitsystems lagen und die
- in ihrer nächsten Nachbarschaft keinen anderen alten oder neuen Pit in Richtung eines anderen Gleitsystems hatten.

Die Laufwege wurden mit Hilfe eines mit gleicher Vergrößerung abgezogenen Maßstabes auf 2 µm genau bestimmt. Die Position auf der Probenoberfläche wurde bei zusammenhängenden Aufnahmen mit dem Maßstab, sonst bei einem Einzelbild am Mikroskop mit Hilfe einer Schublehre gemessen. Der Fehler liegt bei 50 µm.

Nach diesem Verfahren wurden mit Probe 3 vier verschiedene Versuche durchgeführt. Vor jedem neuen Versuch wurde die Probe kurz abpoliert, um die alten Pits zu entfernen. Der erste Versuch Nr. 61 geschah mit einem an die Probe angeklebten Verlängerungsstück von 48,5 mm. Aus dem Signal ergibt sich eine Schubspannung von 602 p/mm^2 für das Hauptgleitsystem. Eine Doppelätzung gelang und die Laufwege der Versetzungen als Funktion des Abstandes vom Stabende sind in Diagramm 6 als runde Symbole eingetragen. Die aus der Auswertung mit Hilfe von Folien gewonnenen Meßpunkte sind als viereckige Symbole dargestellt. Insgesamt wurde dabei eine zusammenhängende Fläche von 0,1 cm^2 zur Auswertung herangezogen, aus der sich 160 Meßpunkte ergaben. Dies entspricht bei einer Versetzungsdichte von $1{,}5 \cdot 10^5$cm^{-2} einem Bruchteil zuordnungsfähig bewegter Versetzungen von ca. 1%.

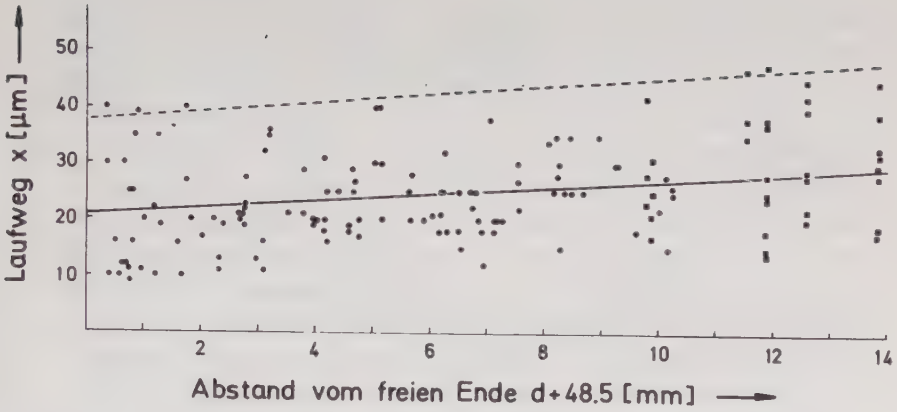


Diagramm 6 Versetzungslaufweg als Funktion des Abstandes vom freien Ende. Probe 3, Versuch Nr. 61.

Mit den Schallgeschwindigkeiten der Torsionswelle in reinem Kupfer (2307,8 m/sec) und in Cu - 0,36At% Ge (2132 m/sec, berechnet aus den elastischen Konstanten, s. Anhang) kann die Abszisse in eine Zeitskala umgerechnet werden. Bezeichnet d den Abstand der Versetzung vom Probenende in µm und ist die Länge des angeklebten Stückes 48,5 mm, dann gilt für die Pulsdauer t in µsec die Beziehung

$$t = \frac{2 \cdot d}{2132} + \frac{2 \cdot 48500}{2307,8}$$

Eine Ausgleichsrechnung nach dem Verfahren des kleinsten quadratischen Fehlers für die Beziehung

$$x = A + B\left(\frac{2 \cdot d}{2132} + \frac{48500 \cdot 2}{2307,8}\right)$$

x in µm
d in µm
A in µm
B in m/sec

ergibt trotz starker Streuung der Punkte eine positive Steigung B (s. Tabelle 1) und damit eine positive Geschwindigkeit; d.h., der Laufweg der Versetzungen ist im

Mittel proportional zur Laufzeit. Durch A wird der Laufweg in µm bei der Verformungszeit Null angegeben. Es ergibt sich ein negativer Achsenabschnitt, der aber innerhalb der Fehlerbreite liegt (s. Tabelle 1). Ein idealer Wert Null ist auch kaum zu erwarten, da aus einer Meßstrecke von 1 cm auf einen Punkt von 4,85 cm zurück extrapoliert wird. Auch kann durch Reflexionen eines Teils der Schallwelle beim Übergang Probe - angeklebtes Verlängerungsstück die Schubspannung nicht voll über die gesamte Zeit gewirkt haben. Auch bei den anderen Versuchen ergab sich eine positive Steigung (s. Diagramm 7). Der auf Impulszeit Null zurück extrapolierte Laufweg liegt bis auf Versuch 67 innerhalb der Fehlergrenze bei Null. Da bei diesen Versuchen das angeklebte Kupferstück zur Verlängerung des Pulses 11,47 cm lang war und wiederum aus einem Meßbereich von 2 cm zurück interpoliert wurde, ist ein solches Ergebnis zu vertreten. Die aus der Ausgleichsrechnung gewonnenen Werte für die Koeffizienten A und B sind in Tabelle 1 eingetragen und in Diagramm 6 und 7 die damit bestimmten Ausgleichsgeraden als durchgezogene Linie eingezeichnet.

Proben-Nr.	Versuchs-Nr.	A [µm]	ΔA [µm]	B [cm/sec]	ΔB [cm/sec]	$\bar{v}$ [cm/sec]	v_{max} [cm/sec]	τ [p/mm²]	Auswertung	Meß-punkte	Ver-längerung [mm]
3	61	-1,12	1,87	52,8	,04	50,30	89	602	D+P	166	48,5
3	67	-39,4	33,5	66,0	,32	28,10	55	497	D	67	114,75
3	69	-23,6	23,8	45,8	,22	23,90	39	370	D	47	114,75
3	74	-10,2	66,6	29,4	,61	20,04	32	204	D	28	114,75

Allgemeine Daten der Probe 3

Versetzungsdichte $N = 1{,}5 \cdot 10^5 \cdot cm^{-2}$

$\tau_0 = 257\,p \cdot mm^{-2}$

$c_{Ge} = .36$ at%

Tabelle 1 Meßdaten der Probe 3

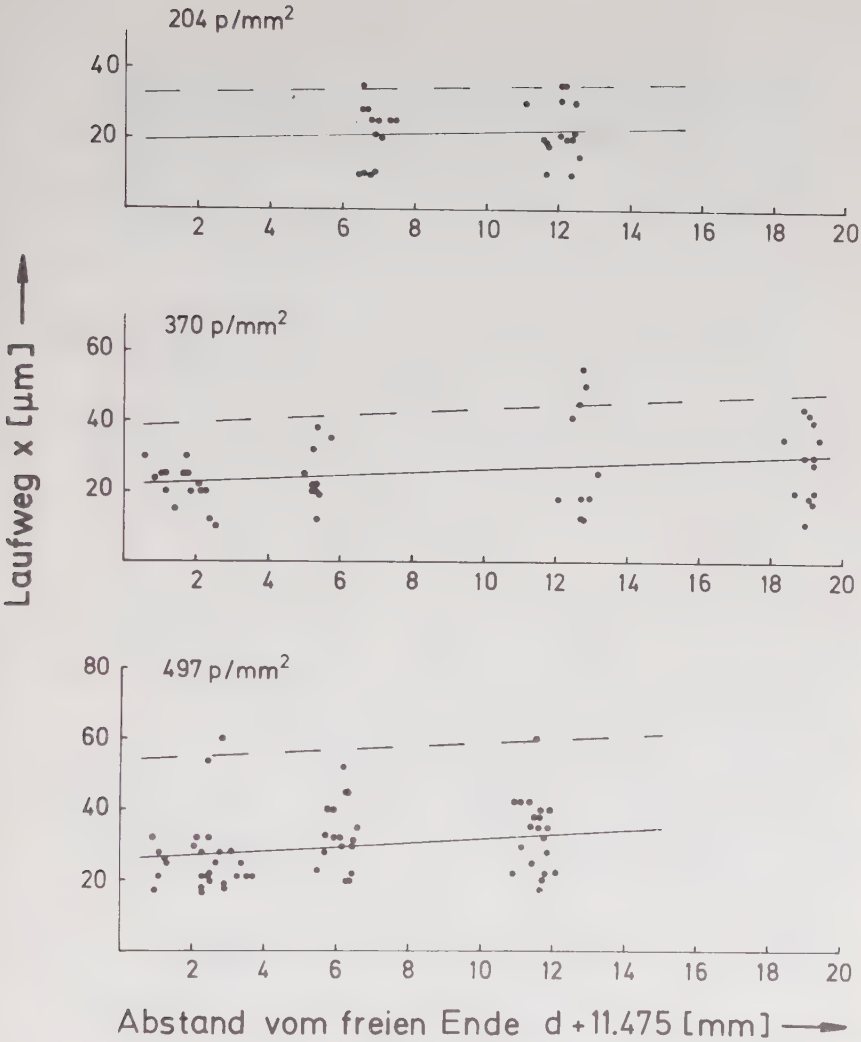


Diagramm 7 Versetzungslaufweg als Funktion des Abstandes vom freien Ende bei Probe 3 für verschiedene Schubspannungen

Aus der Tabelle ersieht man, daß B , und damit die VG, in jedem Fall positiv ist und auch, bis auf den Versuch 67, den wir wegen des zu starken negativen A - Wertes nicht für zuverlässig halten, monoton mit der Spannung anwächst. Es wurde deshalb angenommen, daß die durchgeführten Messungen die VG eingewachsener Versetzungen aufgrund einer Verformung wiedergeben und nicht auf Glüheffekten oder falschen Zuordnungen beruhen.

Um den Einfluß des Achsenabschnittes A auszuschließen wurde aus allen Meßpunkten die Steigung-Laufweg durch Impulszeit-bestimmt, wobei die Abszisse nach der oben aufgeführten Gleichung in eine Zeitskala umgerechnet wurde. Die mittlere VG $\bar{v}$ ergab sich als Mittelwert der Steigungen und ist in der siebten Spalte der Tabelle aufgeführt. Der Fehler betrug bei allen Geschwindigkeiten ca. 35%.

Aus dem Diagramm 6 und 7 wurde auch ein maximaler Laufweg bestimmt (gebrochene Linie). Aus dem Laufweg am Probenende wurde dann die maximale VG v_{max} berechnet. Sie ist in der achten Spalte der Tabelle aufgeführt.

Die VG läßt sich in Kupfer[10] und in Cu - Ni[6] durch eine Beziehung $v \propto \tau^n$ beschreiben. Trägt man deshalb die in Tabelle 1 angegebenen Werte für B, $\bar{v}$ und v_{max} als Funktion der Schubspannung doppeltlogarithmisch auf, ergibt sich Diagramm 8.

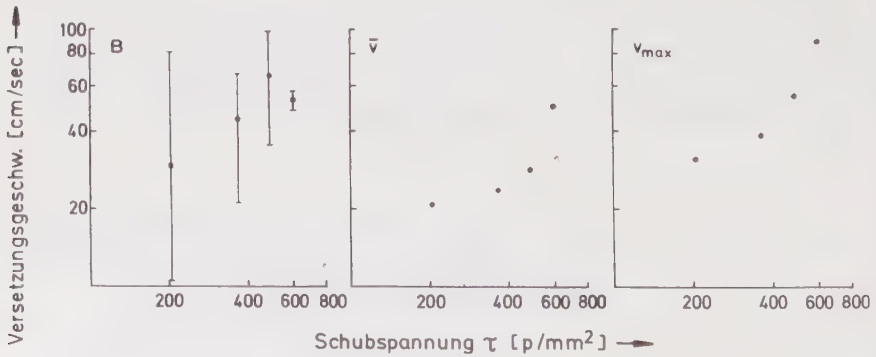


Diagramm 8 Die VG als Funktion der Schubspannung

Die VG der beiden mittleren Spannungen können als Folge der Versuchsbedingung mit einem systematischen Fehler behaftet sein. Durch die relativ großen Leufwege war die Zuordnung schwierig, sodaß hier nur wenige Meßpunkte gewonnen werden konnten. Man sieht, daß nur näherungsweise ein monotones n entnommen werden kann.

5.4 Messungen an reinem Kupfer

Zum Vergleich der Ergebnisse nach dem oben beschriebenen Meßverfahren mit bekannten Werten[10] wurden an einer reinen Kupferprobe nach dem gleichen Verfahren drei Versuche zur Bestimmung der VG durchgeführt. Es konnten bei dieser Probe wiederum nur die eingewachsenen Versetzungen angeätzt werden. Hier wurde das Ätzmittel mit Wasser etwas verdünnt (auf 30 cm^3 Lösung 5 cm^3 H_2O). Deshalb mußte auch in diesem Fall vor dem zweiten Ätzen die Probe für 12h bei 350°C unter Formiergas geglüht werden.

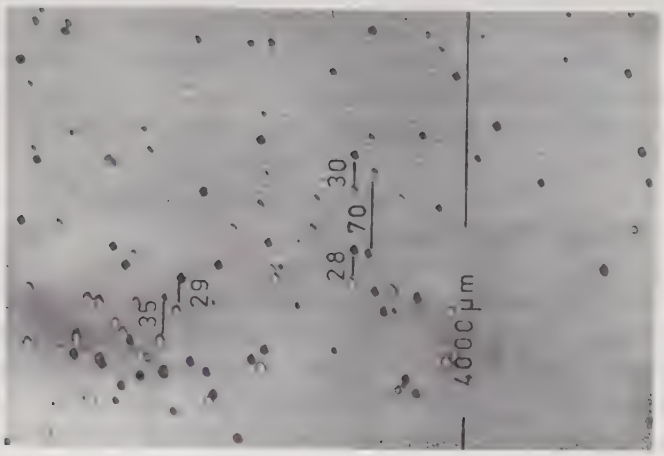
Da die V G für reines Kupfer in der Größenordnung von 10 m/sec liegt, kann auf das Ankleben eines Kupferstückes an die Probe zur Verlängerung der Pulsdauer verzichtet werden. Die nach einer Doppelätzung (s.Abb. 21) gemessenen Laufwege als Funktion des Abstandes vom freien Ende sind für drei Versuche in Diagramm 9 aufgetragen. Aus den elastischen Konstanten ergibt sich die Torsionswellengeschwindigkeit in reinem Kupfer für eine Ausbreitung in ⟨110⟩ - Richtung zu 2135 m/sec (s. Anhang). Damit läßt sich die Abszisse nach

$$t = \frac{2 \cdot d}{2135}$$

t in µsec
d in µm
2135 in m/sec

in eine Zeitskala umrechnen. Die mittlere V G $\bar{v}$ ist aus den Mittelwerten der Steigung der einzelnen Punkte berechnet, während die maximale V G sich aus der Steigung der gezeichneten Geraden ergibt.

a)



b)

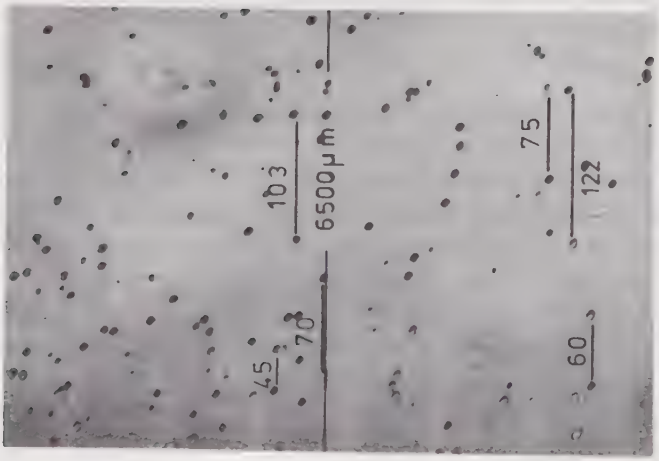


Abb.21 Doppelätzung und Laufwege auf der reinen Kupferprobe
a) bei Versuch 73
b) bei Versuch 74

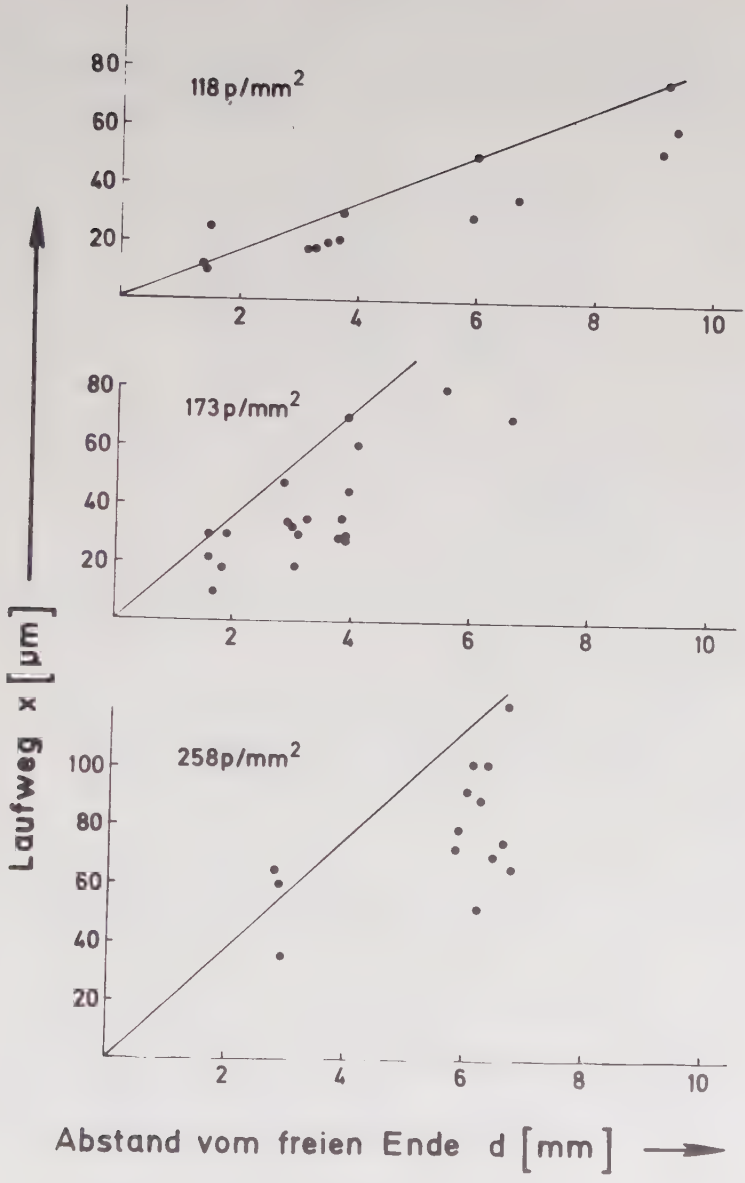


Diagramm 9 Versetzungslaufweg als Funktion des Abstandes vom freien Ende der reinen Kupferp obe für verschiedene Schubspannungen

Die Ergebnisse der einzelnen Versuche sind in Tabelle 2 eingetragen.

Proben-Nr.	Versuchs-Nr.	$\bar{v}$ [m/sec]	v_{max} [m/sec]	τ [p/mm²]
Cu1	70	14,99	19,98	258
Cu1	72	7,35	8,85	118
Cu1	73	12,12	19,06	173

Tabelle 2 Versetzungsgeschwindigkeit bei reinem Kupfer

Bei der Auswertung des Versuchs 72 gelang die Doppelätzung wegen mangelhaften Abspülens vor dem zweiten Ätzen nur auf Teilen der Probe, sodaß sich hier nur wenige Meßwerte ergaben.

Die mittleren V G $\bar{v}$ sind in Diagramm 10 als gefüllte, runde Symbole eingezeichnet. Außerdem sind die Meßergebnisse von Jassby und Vreeland[10] als dicke Gerade eingetragen. Der Versetzungslaufweg wurde von diesen Autoren an eingebrachten Versetzungen mit Hilfe der Röntgentopografie bestimmt. Nur die maximalen Laufwege wurden zur Auswertung herangezogen. Durch Beobachtungen entlang einem Radius der {111} Querschnittsfläche bei einer ‹111› - Orientierung der Probe wurde dabei die Spannungsabhängigkeit der V G direkt gemessen. Nach dem gleichen Verformungsverfahren wurde von Greenman und Vreeland[14] der mittlere Laufweg eingebrachter Versetzungen auf einer {100} - Oberfläche einer ‹100›-orientierten Probe bestimmt. Hierbei wurden die Versetzungen durch Anätzen sichtbar gemacht. Die Messungen von Suzuki et.al. wurden mit Hilfe einer elektrodynamischen Verformungsapparatur durchgeführt,

die bei einem Vierpunkt - Biegeversuch eine kürzeste Pulszeit von 500 µsec zuließ.

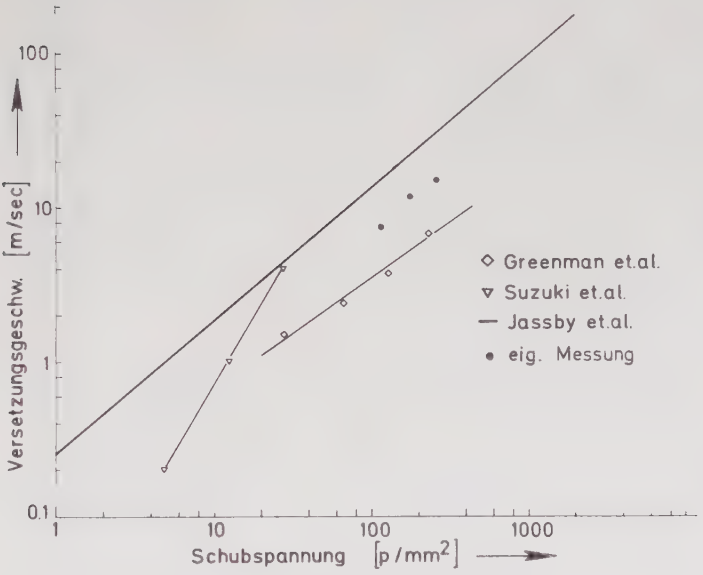


Diagramm 10 Versetzungsgeschwindigkeit als Funktion der Schubspannung für reines Kupfer bei Raumtemperatur

Die von uns gemessenen Werte liegen zwischen denen von Greenman et.al. und Jassby et.al., deren sehr viel umfangreichere Ergebnisse als gut gesichert angesehen werden können. Dagegen ergibt eine Interpolation der Ergebnisse von Suzuki[15] et.al. zu den von uns benutzten Spannungen wegen des hohen Exponenten zu große V G.

6. Diskussion der Ergebnisse

Wenn auch durch die vergleichenden Messungen an den Kupferkristallen das Messverfahren als zuverlässig bestätigt werden konnte, so sind doch die Ergebnisse an den legierten Kristallen nur mit Vorbehalt zu betrachten, weil diese durch Versuche nicht an frisch eingebrachten, sondern an dekorierten Versetzungen gewonnen wurden. Künftig sollte das Zwischenglühen zur Dekoration der Versetzungen möglichst vermieden werden, da die dabei auftretenden Verankerungseffekte in ihrer Wirkung nicht vollständig übersehen werden können. Auch könnte eine Glühbehandlung bei $350^{o}C$ ($\approx 0{,}46\ T_M$) zu kleinen Versetzungsbewegungen führen und damit die Position der Versetzung vor dem zweiten Ätzen verändern. Dem wirkt aber die Dekoration der Versetzungen mit FA entgegen.

Die bisher einzige direkte Messung der VG in kubisch flächenzentrierten Mischkristallen ist, wie in der Einleitung gesagt wurde, von T. Suzuki und T. Ishii[6] an Cu - 0,35% Ni durchgeführt worden. Die Kristalle wurden nach dem Vierpunkt-Biegeverfahren verformt, wobei die Pulszeit zwischen 0,5 und 9msec variierte. Die Versetzungen wurden durch Doppelätzung ohne Zwischenglühung sichtbar gemacht. Die VG wurde aus den maximalen Laufwegen bei den kürzesten Verformungszeiten bestimmt und das Ergebnis als untere Grenze der freien VG interpretiert. Für Raumtemperatur wird bei der kritischen Schubspannung τ_o von 76 p/mm^2 durch Extrapolation eine VG von 6 m/sec erhalten und der Exponent n mit der Beziehung $v \propto \tau^n$ beträgt 5,4. Die in der vorliegenden Arbeit bei Raumtemperatur gemessene maximale VG für Cu - 0,36At.% Ge beträgt bei der gemessenen kritischen Schubspannung von 257 p/mm^2 39 cm/sec. Setzt man auch hier die oben angeführte Beziehung voraus, was aus der doppeltlogarithmischen Auftragung (s. Diagramm 8) nicht zwingend folgt, ergibt sich ein Exponent zwischen 0,6 und 1,7.

Nimmt man an, daß durch die krit. Schubspannung die Fließspannung beschrieben wird, bei der sich Versetzungen zuerst mit konstanter Geschwindigkeit durch den Mischkristall bewegen können, und daß die VG monoton mit der angelegten Schubspannung zunimmt, läßt sich der Einfluß zulegierter FA auf die VG diskutieren. Die einfachste Vorstellung wäre, daß sich die VG bei der krit. Schubspannung nicht ändert: Durch das Zulegieren wird die krit. Schubspannung erhöht und die Versetzungen erfahren somit eine stärkere Spannung, wodurch die Wechselwirkung der Versetzungen mit den Fremdatomen kompensiert würde. Dies wird von T. Suzuki et al.[6] und der vorliegenden Arbeit nicht bestätigt. Im Vergleich zum reinen Kupfer nimmt die VG bei der krit. Schubspannung durch Zulegieren von FA ab.

Wenn also die VG bei der krit. Schubspannung durch das Zulegieren in der Weise beeinflußt wird, daß mit wachsender krit. Schubspannung die VG kleiner wird, ist dadurch auch die im Vergleich zu Cu-0,35At.% Ni kleinere VG in Cu-0,36 At.% Ge zu erklären: Die krit. Schubspannung in der untersuchten Ni Legierung beträgt 76 p/mm^2, im Gegensatz zu der von uns gemessenen von 257 p/mm^2 in der Ge Legierung.

Zum Unterschied im Exponenten n der Spannungsabhängigkeit ist zu bemerken, daß die Messungen von T.Suzuki[15] für reines Kupfer einen Exponenten n=2 ergeben, während Jassby et al.[10] in reinem Kupfer einen Wert von 0,88 (beide für RT) angeben. T. Suzuki's Exponenten scheinen also generell höher zu liegen.

Berücksichtigt man die von G. Schulz[16] in Kupfer verschiedener Reinheitsgrade und auch von T. Suzuki et al.[6] gefundene Zeitabhängigkeit des Losreißens der Versetzungen von Verankerungspunkten, reduziert sich dadurch die mittlere VG nur um den Faktor 1/2, wenn man eine konstante Rate des Losreißens annimmt[17].

Nach Gleichung (2) erhält man für die krit. Schubspannung mit einer interpolierten VG von 25 cm/sec und einer Abgleitgeschwindigkeit $\dot{a} = 10^{-3}$ sec^{-1} eine beweglichkeit

che Versetzungsdichte von $1{,}5 \cdot 10^3$ cm^{-2}. Mit einer eingewachsenen Versetzungsdichte von $1{,}5 \cdot 10^5$ cm^{-2} bei der untersuchten Probe 3 mit 0,36 At.% Ge tragen also nur 1% der eingewachsenen Versetzungen zur Ableitung bei der krit. Schubspannung bei. In der gleichen Grössenordnung lag auch die Zahl der gelaufenen Versetzungen, die in Versuch 61 zur Auswertung herangezogen wurden. Dabei ist allerdings zu berücksichtigen, dass der Verformungsimpuls grösser als die doppelte krit. Schubspannung war. Da bei der Auswertung nur die Versetzungen berücksichtigt wurden, die eindeutig zuzuordnen waren, wird wohl die Anzahl der Versetzungen, die zur Ableitung beitragen, grösser sein. Bei der Bestimmung der Abgleitgeschwindigkeit bei der krit. Schubspannung gibt T. Suzuki[6] für Cu - 0,35At.% Ni bei 77 K einen Prozentsatz von 1,8 % der eingewachsenen Versetzungsdichte an, der zur Ableitung beiträgt.

In einem gewissen Gegensatz dazu stehen die Messungen, die die Anzahl der losgerissenen Versetzungen als Funktion der Schubspannung bestimmen. Hier geben sowohl T. Suzuki et al.[6] als auch G. Schulz[16] einen Prozentsatz von annähernd 100 % der eingewachsenen Versetzungsdichte bei der krit. Schubspannung an. Dies unterstreicht wiederum die Unmöglichkeit, aus makroskopischen Experimenten die VG zu bestimmen.

Messungen von Garstone und Honeycombe[18] an Cu - 0,33At.% Ge und von Peissker[19] an höheren Konzentrationen von Ge zeigen, dass oberhalb RT die kritische Schubspannung sich nur noch gering mit der Temperatur ändert, dass man sich also zu Beginn des sogenannten Plateaus befindet. Für diesen Bereich geben Labusch et al.[5] durch Approximation folgende theoretische Beziehung für die VG als Funktion der Spannung an

$$\frac{\tau_p}{\tau_{0K}} = \frac{v}{v_o} \cdot \left[1 - \frac{v}{2v_o}\left(1 - \exp\left(-\frac{2v_o}{v}\right)\right)\right]$$

mit $v_o \approx 1{,}22 \cdot v_{ow}$. Dabei ist τ_p die Schubspannung im Plateau, bei der sich die Versetzungen mit der Geschwindigkeit v bewegen, τ_{0K} die krit. Schubspannung bei 0 K und v_o eine Ge-

schwindigkeit, die gleich dem Produkt aus Anklopffrequenz ν_o der Versetzungen an Hindernissen und der Hindernisweite w ist. Nimmt man für w einen Wert von $2{,}5\ 10^{-8}$ cm und $\nu_o = 3\ 10^{10}\ sec^{-1}$ [20] an, ist $v_o = 3{,}05 \cdot 10^2$ cm/sec und damit gross gegen die von uns gemessene Geschwindigkeit v. Für diesen Fall vereinfacht sich die Beziehung zu

$$\frac{\tau}{\tau_{OK}} F = \frac{v}{v_c}$$

und τ_F ist linear mit v verknüpft. Ein solches Verhalten wird von den vorliegenden Messungen bestätigt.

Um aus den vorliegenden Messungen eine Abschätzung für ν_o und damit für die Hindernisweite w zu bekommen, kann man das Diagramm 11 benutzen. Hier ist nach Labusch's Theorie [5]

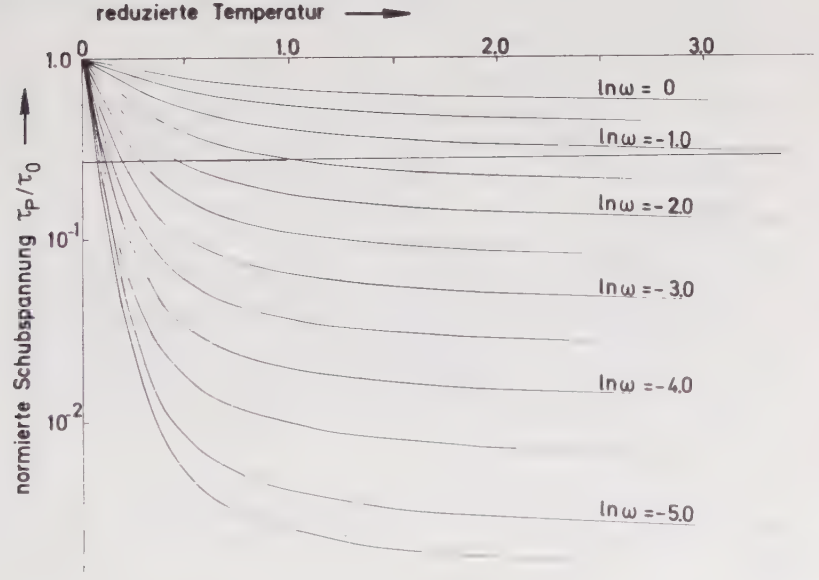


Diagramm 11 Normierte Spannung als Funktion einer reduzierten Temperatur für versch. red. VG [5]

die normierte Spannung τ_K / τ_{0K} als Funktion einer reduzierten Temperatur $\vartheta = kT/\sqrt{\tau_{0K} \cdot E_L \cdot b \cdot w^3}$ (E_L = Linienspannung der Versetzung) für verschiedene reduzierte VG $\omega = v/v_o w$ aufgetragen. Zieht man parallel zur Abszisse eine Gerade, die dem Verhältnis der Fliesspannungen

$$\frac{\tau_P}{\tau_{0K}} = \frac{257}{700} = 0{,}367$$

entspricht (700 p/mm^2 ist die nach Garstone et al.[18] auf 0 K extrapolierte kritische Schubspannung), so sollten nach der Theorie $\ln \omega$ kleiner als -0,9 sein. Mit der Beziehung für die reduzierte VG ergibt sich damit eine Hindernisweite $w = 0{,}86 \cdot 10^{-8}$ cm. Da die Bestimmung der reduzierten Temperatur gemäss obiger Beziehung nicht möglich ist, da sie die zu berechnende Hindernisweite w enthält, könnte auch die durch $\ln\omega = -2$ gegebene Kurve zutreffen, da hier der Schnittpunkt mit der eingezeichneten Geraden zu Beginn des Plateaus liegt. Damit würde sich eine Hindernisweite $w = 2{,}58 \cdot 10^{-8}$ cm ergeben.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass die genaue Grösse der Versetzungsgeschwindigkeit in Cu - 0,36At.% Ge durch weitere Messungen mit verbesserter Ätztechnik bestimmt werden muss, dass aber andererseits wegen der gezeigten Übereinstimmung in vielen Punkten die Grössenordnung durch die vorliegenden Messungen zutreffend ermittelt worden zu sein scheint. Mit der diskutierten Abhängigkeit der VG von der krit. Schubspannung sollte deswegen zur Bestimmung der VG in höherlegierten Mischkristallen ein Verfahren[8] herangezogen werden, das Pulsdauern im Bereich von msec zulässt.

7. Zusammenfassung

Zur Messung der Versetzungsgeschwindigkeit (VG) in Kupfer-Germanium Mischkristallen wurde eine Verformungsapparatur gebaut, mit deren Hilfe Kristalle mit einer maximalen Schubspannung von 1 kp/mm^2 für die Dauer von 0 - 120 μ sec. mit einem annähernd rechteckigen Spannungspuls verformt werden konnten. Nach dem Bridgman-Verfahren wurden für die Untersuchung in einer besonderen Kristallzuchtanlage reine und legierte Kupfereinkristalle mit einer Konzentration von 0,36 und 1 At.% Ge gezogen. Die präparierten Kristalle wurden für 8 Tage zwischen 800 und 1070° C zyklisch geglüht, wobei sich die Versetzungsdichte auf $5 \cdot 10^4 cm^{-2}$ erniedrigte. Mit dem entwickelten Ätzmittel konnten nur die eingewachsenen Versetzungen angeätzt werden. Frische Versetzungen mussten erst durch eine Glühbehandlung dekoriert werden, ehe sie angeätzt werden konnten. Die Geschwindigkeit von frischen Versetzungen, die durch Härteeindrücke oder Kratzer in der Probe erzeugt wurden, konnte deshalb nicht bestimmt werden.

Da in Cu - 1At.% Ge die VG zu gering war, um sie mit dieser Verformungsart zu bestimmen, wurde die VG eingewachsener Versetzungen für eine Cu - 0,36At.% Ge bestimmt. Sie betrug bei der krit. Schubspannung max. 35 cm/sec. Der Exponent der Beziehung $v \propto \tau^m$ liegt zwischen 0,6 und 1,6.

Zur Kontrolle der Versuchsführung wurde nach dem gleichen Verfahren die VG in reinem Kupfer bestimmt. Es ergaben sich dabei Werte, die mit Ergebnissen anderer Autoren übereinstimmten. Die Ergebnisse der mit Germanium legierten Probe werden mit Ergebnissen von Cu-Ni Mischkristallen verglichen und die unterschiedliche VG diskutiert. Ein Vergleich mit der von Labusch[5] vorgeschlagenen Theorie schliesst den geforderten linearen Zusammenhang $v \propto \tau$ nicht aus.

Anhang: Zusammenstellung der verwendeten Grössen

A. Kupferstange

Durchmesser 10,56 mm

Schubmodul G 4802 kp/mm^2

Dichte ϱ 8,842 g/mm^3

Torsionswellengeschwindigkeit 2307,8 m/sec

B. DMS (SPB 2 - 09 - 100, Fa. Hottinger und Baldwin)

$K = 155,23$

$U_A = 2,850\ L \qquad U_A(mV),\ L(kp)$

$\tau = 0,0352\ U_A \qquad \tau(kp/mm^2),\ U_A(mV)$

C. Kupfereinkristalle

$c_{11} = 17,02 \cdot 10^{10}\ N/m^2$

$c_{12} = 12,3 \cdot 10^{10}\ N/m^2$

$c_{44} = 7,51 \cdot 10^{10}\ N/m^2$

Torsionswellengeschwindigkeit 2135 m/sec

D. Kupfer - 1,03At.% Germanium Einkristalle

$c_{11} = 16,66 \cdot 10^{10}\ N/m^2$

$c_{12} = 12,00 \cdot 10^{10}\ N/m^2$

$c_{44} = 7,5 \cdot 10^{10}\ N/m^2$

Torsionswellengeschwindigkeit 2129 m/sec

8. Literatur

1) R. Labusch; phys. stat. sol. 41, 659 (1970)
R. Labusch; Acta met. 20, 917 (1972)
2) P. Jax, P. Kratochvil und P. Haasen; Acta met. 18, 237 (1970)
3) T. Kan und P. Haasen; Mater. Sci. Egng. 5, 176 (1970)
4) T. Kan und P. Haasen; Z. f. Metallk. 61, 355 (1970)
5) R. Labusch, G. Grange, J.S. Ahearn Jr. und P. Haasen; wird veröffentlicht in ASM 1972
6) T. Suzuki und T. Ishii; Trans.Jap.Inst.Met. 9, 687 (1968)
7) P. Haasen; in: Physical Metallurgy, Ed. R.W. Cahn, 2. beard. Auflage., North Holland Publ.Comp., Amsterdam 1970 (S.281)
8) W.G. Johnston und J.J. Gilman; J.appl.Phys. 30, 129 (1959)
9) D.P. Pope, T. Vreeland Jr. und D.s. Wood; Rev. Scient. Instr. 35, 1351 (1964)
10) K.M. Jassby und T. Vreeland Jr.; Phil. Mag. 21, 1147 (1970)
11) D.P. Pope; Private Mitteilung an P. Haasen
12) J.D. Livingston; Journ. Austr. Inst. Met. 8, 15 (1963)
13) F.W. Young Jr.; J.appl.Phys. 32, 192 (1961)
14) W.F. Greenman, T. Vreeland Jr. und D.S. Wood; J.appl. Phys. 38, 3595 (1967)
15) T. Suzuki; in: Dislocation Dynamics, Ed. A.R. Rosenfield et al., Mc Graw Hill, New York 1968 (S. 551)
16) G. Schulz; "Untersuchungen zum Verhalten von Einzelversetzungen in versetzungsarmen Kupfer-Einkristallen bei geringer Biegeverformung", Diplomarbeit an der Techn. Hochschule Braunschweig 1973
17) R. Labusch; Persönliche Mitteilung
18) J. Garstone und R.W.K. Honeycombe; in: Dislocations and Mechanical Properties of Crystals, Ed. J.C. Fisher et al. John Wiley & Sons, New York 1957 (S.391)
19) E. Peissker;"Stapelfehlerenergie von kupferreichen Mischkristallen", Dissertation Göttingen 1964
20) A.V. Granato, K. Lücke, J. Schlipf und L.J. Teutonico: J.appl.Phys. 35, 2732 (1964)

Lebenslauf

Am 10. Februar 1944 wurde ich als Sohn des Lehrers Otto-Heinz Dönch und dessen Ehefrau Marie, geb. Waller, in Wahle, Kr. Braunschweig, geboren. Ich bin mit Ursula Dönch, geb. Rautenberg, seit dem 19. Dezember 1970 verheiratet.

In den Jahren 1950 - 1954 besuchte ich die Volksschule Alvesse, Kr. Peine, von 1954 - 1964 das neusprachlich, mathematisch-naturwissenschaftliche Gymnasium, die Neue Oberschule für Jungen in Braunschweig, an der ich am 26. Februar 1964 die Reifeprüfung bestand. Am 2. April 1964 trat ich als Soldat auf Zeit in die Bundeswehr ein und wurde am 1. April 1966 als Leutnant der Reserve entlassen.

Seit dem SS 1966 studiere ich Physik an der Georg-August Universität in Göttingen. Die Diplomvorprüfung in Physik bestand ich am 23. Oktober 1968 und am 17. Dezember 1970 die Diplomhauptprüfung in Physik. Meine Diplomarbeit: "Rissbeginn und Rissausbreitung bei Wechselverformung von Kupfereinkristallen" fertigte ich im Institut für Metallphysik der Universität Göttingen unter der Anleitung von Prof. Dr. P. Haasen an.

Seitdem arbeite ich an meiner Dissertation und bin seit dem 1. Juni 1973 Verwalter einer wissenschaftlichen Assistentenstelle, seit dem 1. März 1974 Wissenschaftlicher Assistent am Institut für Metallphysik.

Herrn Prof. Dr. P. Haasen danke ich für sein stetes Interesse und die Förderung der Arbeit.

Zu besonderem Dank bin ich Herrn Prof. Dr. R. Labusch verpflichtet, der mit seinen Ratschlägen, Hilfen und zahlreichen Diskussionen sehr zum Gelingen der Arbeit beitrug.

Herrn Dipl.-Phys. V. Schlett danke ich für die Konzentrationsbestimmungen mit Hilfe der Mikrosonde.

Der Bau der Apparaturen war nur durch die sorgfältige Arbeit der Werkstatt unter Leitung von E.Schubert möglich.

Allen Mitarbeitern des Instituts, besonders Frau F. Linke, danke ich für ihre Hilfe bei der Durchführung der Arbeit.

Dem Entwicklungslabor der Fa. Bayer, Leverkusen, bin ich für die kostenlose Herstellung des Dämpfungskeils aus Polyurethan verbunden.

Der Göttinger Akademie der Wissenschaften danke ich für die finanzielle Unterstützung.